

PUBLICATIONS DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY
COLLECTION DES THÈSES DE LA FACULTÉ DES SCIENCES
SCIENCES PHYSIQUES

THESE

Étude des transformations des alliages d'uranium à faible teneur en éléments d'addition cubiques centrés, refroidis depuis les domaines " gamma " et " bêta ", puis revenus à différentes températures.

présentée à la Faculté des Sciences de l'Université de Nancy
pour obtenir le grade de Docteur-ès-Sciences Physiques

par

Claude COLLOT

Licencié ès-Sciences-Physiques
Ingénieur Civil de la Métallurgie
et de l'Industrie des Mines
Docteur-Ingénieur

Soutenue le 19 Avril 1969, devant la Commission d'Examen

JURY :

Membres du Jury : M. Le Doyen J. AUBRY *Président*

MM. les Professeurs R. FAIVRE
F. DAVOINE } *Examineurs*

M. le Professeur P. LAURENT *Invité*
Directeur au Commissariat à l'Energie Atomique

1 9 6 9



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41555002_0061

PUBLICATIONS DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY
COLLECTION DES THÈSES DE LA FACULTÉ DES SCIENCES
SCIENCES PHYSIQUES

THÈSE

Étude des transformations des alliages d'uranium à faible teneur en éléments d'addition cubiques centrés, refroidis depuis les domaines " gamma " et " bêta ", puis revenus à différentes températures.

présentée à la Faculté des Sciences de l'Université de Nancy
pour obtenir le grade de Docteur-ès-Sciences Physiques

par

Claude COLLOT

Licencié ès-Sciences-Physiques
Ingénieur Civil de la Métallurgie
et de l'Industrie des Mines
Docteur-Ingénieur

Soutenue le 19 Avril 1969, devant la Commission d'Examen

JURY :

Membres du Jury : M. Le Doyen J. AUBRY *Président*

MM. les Professeurs R. FAIVRE
F. DAVOINE } *Examineurs*

M. le Professeur P. LAURENT *Invité*
Directeur au Commissariat à l'Energie Atomique

1 9 6 9



ANNEE SCOLAIRE 1968 - 1969

Doyen : M. AUBRY

Assesseur : M. GAY

Doyens honoraires : MM. CORNUBERT - ROUBAULT

Professeurs honoraires : M.M. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JOLY - LAPORTE - EICHBORN - CAPELLE - GODEMENT - DUBREIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE - DE MALLEMAN - LONGCHAMON - LETORT - DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER - CORNUBERT - CHAPELLE - GUERIN - WAHL -

Maîtres de conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET - M^{lle} MATHIEU.Professeurs

MM. ROUBAULT	Géologie	GAYET	Physiologie
VEILLET	Biologie Animale	HADNI	Physique
BARRIOL	Chimie Théorique	* BASTICK	Chimie
BIZETTE	Physique	DUCHAUFOR	Pédologie
GUILLIEN	Electronique	GARNIER	Agronomie
LEGRAS	Mécanique Rationnelle	NEEL	Chimie Org.indus.
BOLFA	Minéralogie	BERNARD	Géologie Appliquée
NICLAUSE	Chimie	* CHAMPIER	Physique
FAIVRE	Physique Appliquée	* GAY	Chimie Biologique
AUBRY	Chimie Minérale	STEPHAN	Zoologie
COPPENS	Radiogéologie	* CONDE	Zoologie
DUVAL	Chimie	* WERNER	Botanique
FRUHLING	Physique	EYMARD	Calcul dif. & int.
HILLY	Géologie	LEVISALLES	Chimie Organique
LE GOFF	Génie Chimique	FELDEN	Physique
SUHNER	Physique Expérimentale	* GOSSE	Mécanique Physique
CHAPON	Chimie Biologique	* DAVOINE	Physique (ENSMIM)
HEROLD	Chimie Miné.Indus.	HORN	Physique (1° Cycle)
SCHWARTZ B.	Exploitation Minière	* ROCCI	Géologie
MALAPRADE	Chimie	* Mme LUMER	Mathématiques
* MANGENOT	Botanique		

N.....	Chimie Biologique
N.....	Mécanique Appliquée
N.....	Chimie Physique
N.....	Analyse Supérieure
N.....	Méthodes Mathématiques de la Physique
N.....	Mécanique Rationnelle

(*) Professeur titulaire à titre personnel

Maîtres de Conférences

Mme BASTICK	Chimie P.C. Epinal
MM. GUDEFIN	Physique
VUILLAUME	Psychophysiologie
FRENTZ	Biologie Animale
MARI	Chimie (ISIN)
AUROUZE	Géologie
DEVIOT	Physique du Solide
FLECHON	Physique P.C.
Mlle HUET	Mathématiques C.B.G.
VIGNES	Métallurgie
BALESSENT	Thermodynamique, chimie appliquée (ENSIC)
BLAZY	Minéralogie Appliquée (ENSG)
JANOT	Physique P.C. Epinal
JACQUIN	Pédologie et Chimie Agricoles
MAINARD	Physique M.P.
CACHAN	Entomologie appliquée (ENSA)
MARTIN	Chimie P.C.
PAULMIER	Mécanique Expérimentale
PROTAS	Minéralogie
JOZEFOWICZ	Physico-chimie
JURAIN	Géologie C.B.G.
RIVAIL	Chimie appliquée (CUCES)
VILLERMAUX	Génie Chimique
METCHE	Biochimie appliquée (brasserie)
PAIR	Mathématiques appliquées
BAUMANN	Physique 1 ^o cycle
DURAND	Physique
GRANGE	Physique (ISIN)
DEPAIX	Probabilités et statistique
BAVEREZ	Chimie (ENSIC)
N.....	Mécanique des fluides (ISIN)
N.....	Mécanique (ISIN)
N.....	Mathématiques
N.....	Mathématiques P.C.
N.....	Mathématiques C.B.G.
N.....	Physiologie animale
N.....	Mathématiques M.P.
N.....	Exploitation minière (ENSMIM)

A MON MAITRE

Monsieur le Professeur René FAIVRE

Directeur du Laboratoire de Physi-
que de l'Etat Métallique

Directeur Scientifique de l'Ecole
Nationale Supérieure de la Métal-
lurgie et de l'Industrie des Mines
de Nancy

Hommage respectueux et très reconnaissant.

A MES PARENTS

Témoignage d'affection.

Une partie de ce travail a été effectuée au Laboratoire de Physique de l'Etat Métallique, de 1960 à 1962, sous la direction de Monsieur le Professeur René FAIVRE qui a tant contribué à ma formation de chercheur. Il a bien voulu porter un intérêt constant aux études qui m'ont été confiées par la suite au Commissariat à l'Energie Atomique et il a accepté avec beaucoup de gentillesse que l'ensemble des résultats acquis sur les transformations des alliages d'uranium, fassent l'objet de cette Thèse.

Qu'il me soit donc permis d'exprimer ici à Monsieur le Professeur FAIVRE ma très grande reconnaissance pour la confiance jamais démentie dont il m'a honoré.

Je tiens à remercier très sincèrement Monsieur LAURENT, Directeur du Centre d'Etudes de Bruyères-le-Châtel, pour les conseils éclairés et les encouragements qu'il n'a cessé de me prodiguer et pour avoir autorisé la publication de ce Mémoire.

Je prie Monsieur le Doyen AUBRY et Monsieur le Professeur DAVOINE, Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy, d'agréer l'expression de mes remerciements les plus vifs pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de présider ou de participer au Jury de cette Thèse.

J'exprime également ma profonde sympathie à Monsieur D. FRANCOIS, Chef de la Section Métallurgie Physique au Centre de Bruyères-le-Châtel, à mes collègues et tout particulièrement Monsieur C. GUILLAUME et Madame M. CAPUT dont la collaboration me fut très précieuse.

Je remercie enfin Madame NOBLE et Monsieur COLLERET pour leur participation à la mise en forme et à la présentation de cet ouvrage.

INTRODUCTION

Ce travail a pour but d'étudier et de comparer l'influence d'éléments d'addition cubiques centrés, tels que le niobium, le molybdène et le vanadium sur les transformations de l'uranium. Ces métaux sont voisins dans la classification périodique : le vanadium et le niobium se rattachent au groupe V et le molybdène, comme le chrome, au groupe VI.

Le molybdène et le niobium possèdent un domaine de solubilité étendu dans l'uranium gamma cubique centré. La miscibilité est totale dans le cas du niobium.

Le chrome et le vanadium sont moins solubles en phase gamma : la solubilité du vanadium est de 2,8 % en poids à 1040°C ; celle du chrome est plus faible, elle est de l'ordre de 1 % à 860°C. Le diagramme d'équilibre U-Cr déterminé par Daane et Wilson (1), puis repris par Saller et le diagramme U-V établi par Saller et Rough (2), sont très semblables. Le chrome et le vanadium ne donnent avec l'uranium aucun composé défini.

Les alliages d'uranium et de molybdène ont fait l'objet

de nombreuses publications. Ils doivent la complexité de leur structure à la double transformation allotropique $\gamma \longrightarrow \beta \longrightarrow \alpha$ de l'uranium. Le diagramme d'équilibre (figure 1), tel qu'il résulte des travaux de A.E. Dwight (3) et de Mme J. Lehmann (4), indique une limite de solubilité du molybdène à 640°C égale à 0,2 % en phase α et de 0,9 % en phase β . Le domaine ($\beta + \gamma$) s'étend, à la même température, jusqu'à 3,2 ou 4,5 % suivant les auteurs.

Les alliages de teneur en molybdène inférieure à 0,9 % subissent lors du refroidissement depuis la phase γ les deux transformations successives $\gamma \longrightarrow \beta \longrightarrow \alpha$. Pour les teneurs supérieures à 1 %, le passage de γ en α a lieu directement lorsque la vitesse de refroidissement est suffisante (5) (6).

Les trempes rapides depuis le domaine γ conduisent à des structures martensitiques, provenant des transformations $\gamma \rightarrow \beta \rightarrow \alpha'$ ou $\gamma \longrightarrow \alpha'$, dont les points Ms sont donnés, en fonction de la teneur en molybdène, par la figure (2). La maille orthorhombique de la phase α est alors déformée par contraction de l'axe $\vec{b}$, la contraction étant d'autant plus forte que la teneur en molybdène est plus élevée (7). Au-delà de 2 % apparaît une phase monoclinique α'' (8).

Les trempes moins brutales donnent naissance à des structures très fines, constituées par des phases plus ou moins proches de l'équilibre (6) (9) (10).

Malgré la rareté du niobium, les difficultés de sa métallurgie et de celle des alliages uranium-niobium, ces derniers ont suscité un certain intérêt de recherche fondamentale. Les principaux travaux sur ce système ont été effectués par Rough et Bauer (11), Rogers (12), Dwight et Mueller (13), Pfeil et al. (14), Spedding et al. (15) et enfin Ivanov et Badajeva (16). Le diagramme d'équilibre groupe les résultats de ces auteurs (figure 3). En phase β , la solubilité maximale du niobium

FIGURE 1

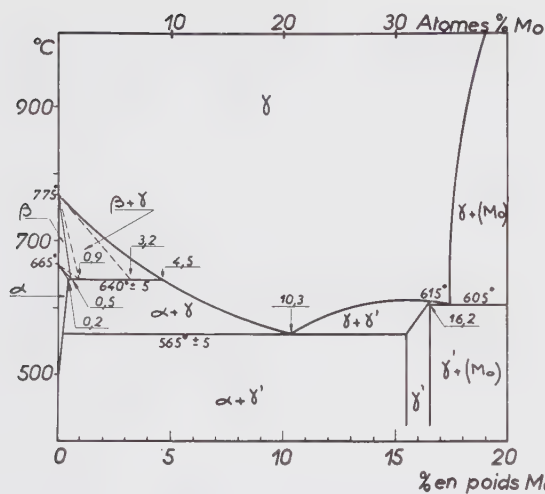
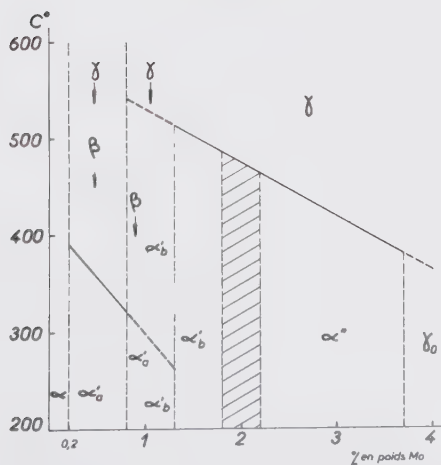


Diagramme d'équilibre U-Mo d'après A.E. Dwight (3) et Mme J. Lehmann (4).

FIGURE 2



Transformations des phases γ et β lors de trempes effectuées depuis le domaine γ dans les alliages U-Mo.

FIGURE 3

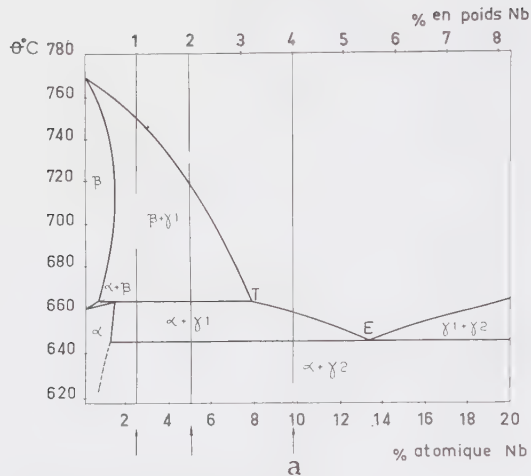


Diagramme d'équilibre U-Nb

d'après les auteurs cités de (11) à (16) et notamment Pfeil (14).

Les flèches indiquent les alliages étudiés dans notre travail.

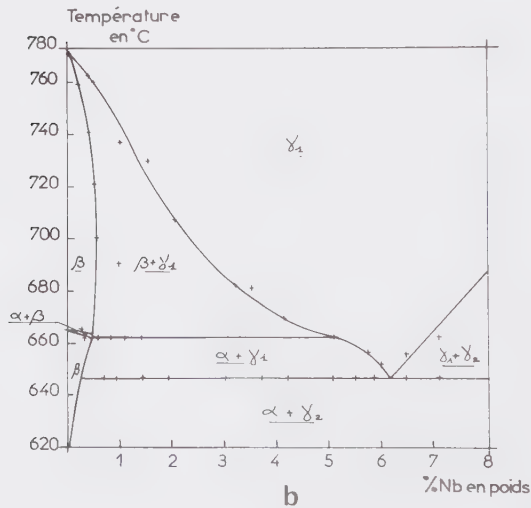


Diagramme U-Nb d'après B.A. Rogers et al. (31).

dans l'uranium est de 0,7 % en poids à 720°C. A la température du péritectoïde, la solubilité en phase β est de 0,2 % environ et dans l'uranium α 0,7 %. Cette solubilité en phase α décroît rapidement lorsque la température s'abaisse.

La solution solide γ_1 riche en uranium se décompose par réaction eutectoïde à 640°C environ. D'après Pfeil et Dwight, la réaction $\beta \longrightarrow \alpha$ est du type péritectoïde à $666 \pm 2^\circ\text{C}$; comme cette température est supérieure à celle de l'eutectoïde, nous observons l'existence d'un domaine ($\alpha + \gamma_1$) et la réaction eutectoïde s'écrit : $\gamma_1 \rightleftharpoons \alpha + \gamma_2$, γ_2 désignant la solution cubique centrée dérivée du niobium.

La structure stable à la température ambiante est l'eutectoïde ($\alpha + \gamma_2$) comme dans les alliages uranium-molybdène ($\alpha + \gamma'$). La phase γ' correspond au composé défini U_2Mo , dont la maille tétragonale a été établie par Bostrom et Halteman (17) ; ses paramètres cristallins sont $a = 3,427 \text{ \AA}$ et $c = 9,834 \text{ \AA}$.

En pratique, les alliages uranium-niobium et uranium-molybdène à l'état brut de coulée présentent des structures métastables intermédiaires car la réaction qui produit la structure d'équilibre ($\alpha + \gamma_2$) ou ($\alpha + \gamma'$) devient très lente au-dessous de 450°C.

Dans ce travail, nous avons étudié les transformations qui se produisent dans les alliages uranium-niobium à 1 et 2 % en poids de niobium lors de leur refroidissement depuis le domaine γ_1 . Nous les avons comparées, ainsi que les structures résultantes, à celles des alliages uranium-molybdène.

Comme dans les U-Mo, nous pouvons distinguer plusieurs types de structures suivant la vitesse de refroidissement ou le degré de sursaturation de la phase α en niobium :

- une structure martensitique $\underline{\alpha}'$ qui se caractérise par une contraction de la maille orthorhombique suivant l'axe $\vec{b}$; la déformation est d'autant plus grande que la teneur en niobium est plus élevée.
- une structure de Widmanstätten composée de plaquettes submicroscopiques α_s dans la matrice γ_1 . Elle se rapproche d'une martensite très fine par sa dureté et sa fragilité. Le paramètre $\underline{b}$ de la maille $\underline{\alpha}$ est intermédiaire entre celui de la phase $\underline{\alpha}'$ et celui de la phase $\underline{\alpha}$ d'équilibre.
- une structure tressée, formée par l'alternance des phases $\underline{\alpha}$ et γ_1 , d'autant plus fine que le refroidissement est plus rapide. Le paramètre de la phase $\underline{\alpha}$ est sensiblement celui de l'uranium.

Ces différents types de structures constituent les soudures effectuées par bombardement électronique sur les alliages U-Mo et U-Nb, de teneur en molybdène ou en niobium comprise entre 1 et 2 %. Leurs propriétés mécaniques ont été déterminées essentiellement dans le cas des alliages uranium-molybdène (10).

Nous avons étudié, lors de recuits ultérieurs, l'évolution des phases métastables provenant de la transformation directe $\gamma \rightarrow \alpha$ de l'uranium. Les mécanismes de retour à l'équilibre ($\alpha + \gamma'$) ont été précisés dans un alliage U-Mo à 1,5 % de molybdène (18).

Nous avons considéré également les transformations des alliages uranium-niobium à 1 et 2 % de niobium au cours de leur trempe depuis le domaine ($\beta + \gamma_1$) et au cours de leur revenu ultérieur à diverses températures.

Nous avons saisi les conditions de conservation de la phase $\underline{\beta}$ à la température ambiante. Sa décomposition a été suivie par

diffraction des rayons X et par dilatométrie isotherme. Cette dernière méthode nous a permis de tracer les courbes de début et de fin de transformation pour l'alliage à 1 % de niobium. Nous avons ensuite effectué une étude cinétique complète qui nous a conduit à la détermination de l'énergie d'activation (19). L'ensemble de ces résultats a été comparé à ceux que nous avons nous-même obtenus pour un alliage uranium-molybdène à 1,1 % de molybdène (20).

Le vanadium s'est révélé un élément qui affine particulièrement bien la structure α de l'uranium (21). Ce résultat nous a amené à étudier les cinétiques de la transformation $\beta \longrightarrow \alpha$ d'un alliage à 0,2 % de vanadium, à la fois par trempe isotherme et refroidissement continu (22).

Nous diviserons notre exposé en quatre parties :

<u>PREMIER CHAPITRE</u>	: Généralités sur les méthodes expérimentales.
<u>DEUXIEME CHAPITRE</u>	: Etude des transformations de la phase γ .
<u>TROISIEME CHAPITRE</u>	: Etude cinétique des transformations à partir du domaine $\beta + \gamma$. Comparaison des transformations des alliages uranium-niobium à celles des alliages uranium-molybdène.
<u>QUATRIEME CHAPITRE</u>	: Alliages d'uranium faiblement chargés en vanadium.

CHAPITRE I

GENERALITES SUR LES METHODES EXPERIMENTALES

I - Fabrication des alliages

Les alliages uranium-niobium à 1 et 2 % de niobium et l'alliage uranium-molybdène à 1,1 % de molybdène ont été préparés au Département de Métallurgie du Commissariat à l'Energie Atomique, sous la direction de M. Cabane que nous tenons à remercier très sincèrement.

Les alliages uranium-molybdène à 1,5 % de molybdène et uranium-vanadium ont été élaborés au Centre d'Etudes de Bruyères-le-Châtel, à partir d'uranium technique contenant comme principales impuretés : Fe, Al, Ni, Cu, Si, C, O et N.

Le tableau ci-après . donne un exemple de composition type pour un alliage à 0,20 % de vanadium :

Eléments	V	Fe	Al	Ni	Cu	Cr	Mn	Mg	Si	C	O	N	H
Teneurs pondérales en 10^{-6}	2060	50	30	30	30	10	<10	<10	50	100	70	40	1,5

Après fusion sous vide par induction en creusets de graphite garnis de zirconate de calcium (ZrO_2 , CaO), puis maintien d'environ 20 mn à $1400^{\circ}C$, les alliages sont coulés sous forme de lingots cylindriques de 90 mm de diamètre et 300 mm de haut dans des moules de graphite, garnis d'alumine (Al_2O_3) et préchauffés (bas du moule : $650^{\circ}C$, haut du moule : $1150^{\circ}C$).

II - Usinage des échantillons

Les échantillons sont usinés au tour sous un arrosage abondant d'un mélange d'eau et d'huile soluble, afin d'éviter l'inflammation des tournures d'uranium. Ils sont taillés dans le métal brut de coulée et peuvent prendre différentes formes, selon l'usage pour lequel ils sont prévus.

1 - Eprouvettes dilatométriques

Ce sont des cylindres de 3 mm de diamètre et de 30 mm de hauteur ; ils sont percés à l'une des extrémités d'un trou coaxial de 1,5 mm de diamètre - 15 mm de profondeur et taraudé sur 5 mm, qui permet le passage d'un couple thermoélectrique destiné à enregistrer la loi de refroidissement.

Pour l'examen structural, nous avons effectué sur la tranche de ces éprouvettes des clichés de Debye-Scherrer par réflexion, à l'aide d'une chambre de Guinier-Seeman-Bohlin spéciale.

2 - Echantillons destinés à l'analyse par diffraction des rayons X à l'aide du goniomètre de Berthold ou du diffractomètre Siemens

Cette technique exige une surface d'exposition égale ou supérieure à 1 cm^2 , de manière à ce que toute la largeur du faisceau de rayons X soit utilisée. Nous prenons :

- soit des plaquettes cylindriques de 15 mm de diamètre et de 1,5 mm d'épaisseur. Ces disques permettent de réaliser des conditions de trempe assez voisines de celles auxquelles sont soumises les éprouvettes dilatométriques.
- soit des plaquettes parallélépipédiques de dimensions : $30 \times 10 \times 3 \text{ mm}$, notamment dans le cas des examens au diffractomètre Siemens.

3 - Eprouvettes de traction

Nous utilisons des éprouvettes cylindriques de dimensions utiles :

- diamètre 4 mm, longueur 30 mm pour les essais effectués à la température ambiante, au moyen de la machine Amsler.
- diamètre 4 mm, longueur 40 mm pour les essais réalisés au moyen de la machine Adame1 horizontale.

III - Polissage des échantillons et techniques micrographiques

Les échantillons subissent d'abord un polissage mécanique sur des papiers paraffinés immergés dans l'eau, afin d'éviter tout échauffement du métal.

FIGURE 4



Alliage U-2 % Nb
à l'état brut de coulée.

On procède ensuite au polissage¹ électrolytique :

- soit avec le bain acétochromique, sous une tension de 12 volts, pendant des temps compris entre 5 et 10 minutes. La composition de ce bain est la suivante :

{	anhydride chromique	65 grammes
	acide acétique cristallisable ...	500 cm ³
	eau	65 cm ³

- soit dans un bain contenant :

{	50 % d'acide orthophosphorique
	25 % de butylcellosolve
	25 % d'eau

A deux volumes de ce mélange est ajouté un volume d'alcool éthylique. La tension de polissage est de 15 volts, la durée de 4 à 5 minutes.

La cellule d'électrolyse est refroidie par une circulation d'eau ou par de la glace fondante.

Les examens au microscope optique, en lumière naturelle, ont lieu après attaque électrolytique des échantillons, soit dans le bain acétochromique, soit dans le bain à base d'acide orthophosphorique : il suffit d'abaisser la tension de polissage à 5 volts ; les figures 4 et 5b montrent les aspects micrographiques d'un alliage U-2 % Nb et d'un alliage U-1,5 % Mo à l'état brut de coulée : nous observons une structure lamellaire rappelant la perlite.

Les examens en lumière polarisée se font après oxydation anodique des échantillons dans un mélange d'ammoniaque (20 cm³) et de glycol éthylnique (100 cm³), pendant 30 secondes environ, sous une tension de 12 volts ; la micrographie 5a met en évidence la structure ($\alpha + \gamma$) du même alliage U-1,5 % Mo.

Pour les observations en transmission au microscope électronique, nous avons préparé :

- soit des répliques directes en volatilisant du carbone par évaporation thermique dans une cloche à vide ; la pellicule est ensuite détachée du métal sous-jacent par dissolution électrolytique.
- soit des lames minces, par la méthode du jet, à l'aide d'acide orthophosphorique pur (23). L'amin-cissement est effectué à la température de 5°C, sous une tension de 20 volts.

IV - Détermination des phases en présence

Pour l'identification des phases, la diffraction des rayons X constitue une méthode très sûre. Nous avons eu recours à la fois au procédé photographique et au procédé graphique direct.

1 - Méthode photographique

Nous employons une chambre de Seeman-Bohlin associée à un monochromateur à lame de quartz courbe. Nous utilisons la radiation K_{α} du cobalt ($\lambda = 1,7902 \text{ \AA}$) et nous opérons par réflexion, avec une incidence de 37 degrés, de manière à observer le cliché de Debye-Scherrer entre des angles de Bragg de 30 et 75 degrés. L'échantillon est animé d'un mouvement de rotation autour de son axe ; la durée de la pose est de l'ordre de 20 heures, ce qui est beaucoup trop dans le cas où nous conservons de la phase β par trempe. Comme nous le verrons dans le troisième chapitre, cette phase se transforme en quelques heures dans le cas du niobium. Nous faisons alors appel au second procédé.

FIGURE 6

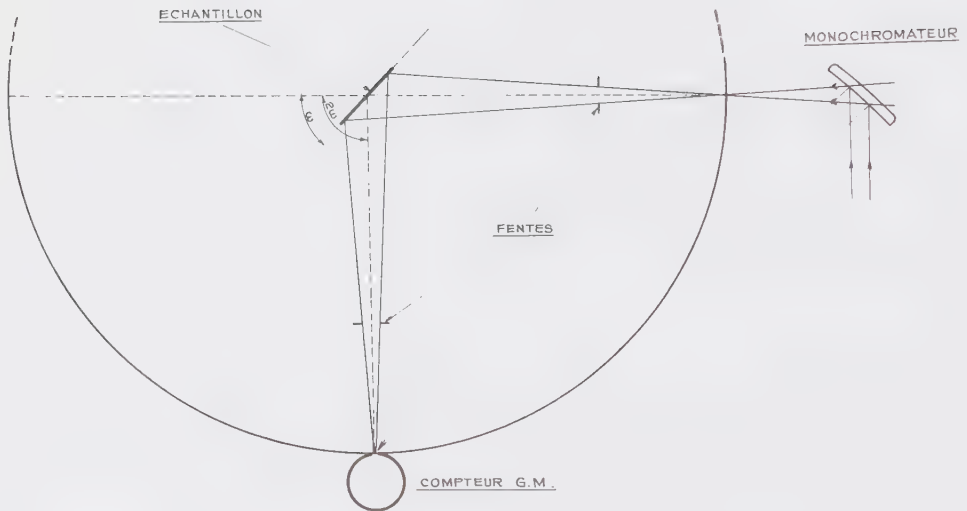


Schéma de principe du goniomètre de Berthold à compteur de Geiger associé à un monochromateur à lame de quartz courbe.

2 - Méthode graphique à l'aide du goniomètre
à compteur de Geiger dont le principe est
décrit sur le schéma de la figure 6.

L'échantillon tourne à une vitesse angulaire constante ω , tandis que le compteur qui reçoit successivement les faisceaux de réflexion sélective tourne à la vitesse double 2ω . Le cliché s'enregistre directement sous nos yeux : un millivoltmètre donne la courbe de l'intensité du faisceau diffracté en fonction du temps c'est-à-dire, finalement, de l'angle de rotation qui est égal à l'angle de Bragg θ . Le court-circuitage, tous les dixièmes de degré, de la différence de potentiel envoyée sur l'appareil permet l'étalonnage de l'axe des temps. Lorsque l'échantillon tourne à la vitesse de 1 degré par minute, la durée totale d'exploration du domaine angulaire 15-75 degrés est de l'ordre d'une heure.

Les analyses ont été réalisées soit au goniomètre de Berthold en utilisant la radiation K_{α_1} du cobalt, soit au diffractomètre Siemens à l'aide du rayonnement K_{α_1} du cuivre ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$).

V - Four de trempe directe

Nous plaçons l'échantillon dans le four de chauffage sous vide de R. Bigot. Lors du traitement thermique, la pression dans le four reste inférieure à 10^{-4} torr.

Le maintien à haute température peut durer plusieurs heures. Immédiatement avant trempe, la pression dans le four est ramenée à la pression atmosphérique en introduisant de l'argon Nertal. La trempe est effectuée jusqu'à la température ordinaire dans l'un des milieux suivants : argon gazeux, huile de vaseline,

FIGURE 7

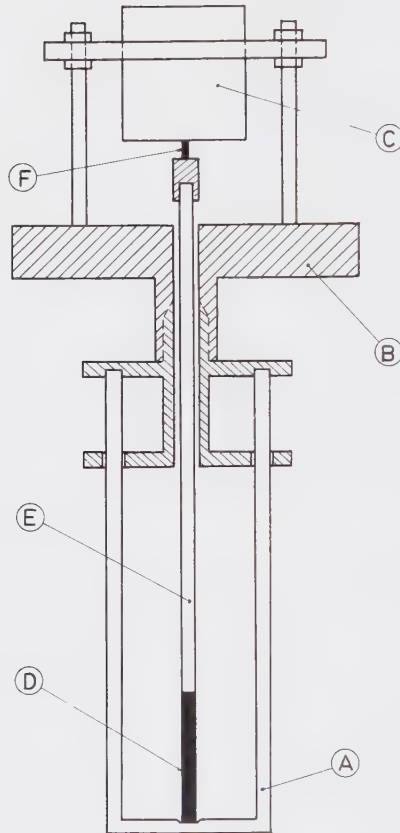


Schéma de principe du dilatomètre de revenu à capteur électromagnétique de déplacement : ensemble fixe (se reporter aux références (27) (28) et (29).

- A - Tige de silice en forme de U
- B - pièce métallique refroidie par circulation d'eau
- C - capteur de déplacement
- D - éprouvette dilatométrique
- E - tige de silice transmettant les variations de longueur de l'échantillon (D) au palpeur (F) du capteur de déplacement (C)
- F - palpeur du capteur de déplacement .

eau, solution diluée de chlorure de potassium. Les éprouvettes dilatométriques sont maintenues à l'intérieur du tube de sillimanite grâce au dispositif classique et les vitesses de refroidissement sont mesurées par le procédé déjà décrit (24) (25) (26). Quant aux plaquettes, elles sont simplement attachées à l'aide d'un fil de molybdène.

VI - Dilatomètre à capteur de déplacement

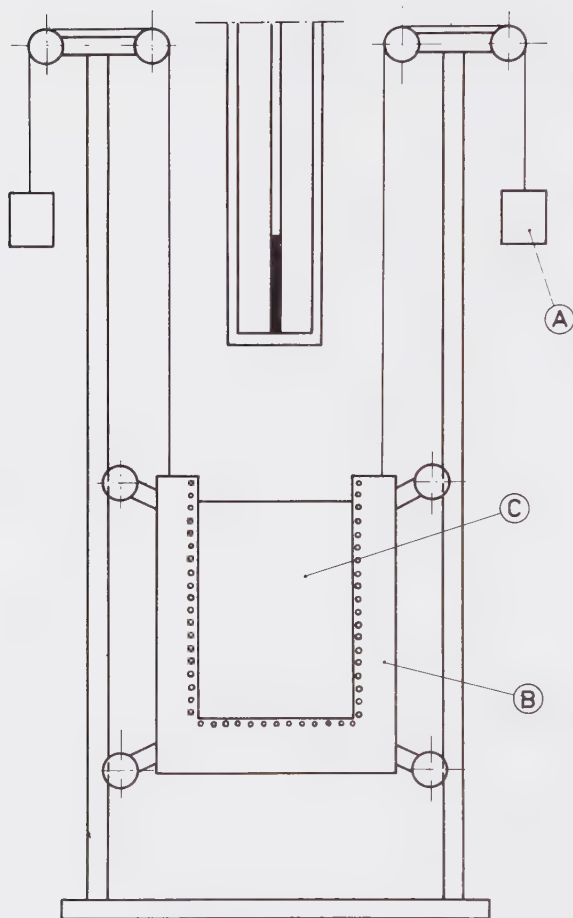
Nous avons utilisé un dilatomètre électronique décrit antérieurement (27) (28) (29), comprenant un capteur de déplacement Philips GM 5537 associé au pont de mesure Philips PR 9300. L'enregistreur est soit un galvanomètre à suiveur de spot Sefram dans le cas des phénomènes relativement rapides, soit un millivoltmètre du type Speedomax-Meci dans le cas des phénomènes plus lents. Nous employons ce dilatomètre aussi bien pour l'étude du revenu après trempe que pour la trempe étagée.

1 - Emploi en revenu

Le dispositif se compose d'un ensemble mobile verticalement et d'un ensemble fixe solidaire du bâti. La partie fixe (figure 7) supporte l'échantillon qui est maintenu sur la base d'une tige de silice ayant la forme d'un U. Cette tige est elle-même soudée à l'araldite sur une pièce métallique traversée par une circulation d'eau. Une tige également en silice et de même diamètre prend appui sur l'extrémité supérieure de l'éprouvette et transmet les variations de longueur au capteur de déplacement solidaire de la pièce métallique refroidie.

La partie mobile (figure 8) se compose d'un four électrique vertical entourant un tube de sillimanite, à l'intérieur duquel nous avons placé un creuset en acier inoxydable. Ce creuset renferme le bain métallique qui est constitué soit par de l'étain soit par l'alliage de Wood.

FIGURE 8



Partie mobile⁴ du dilatomètre de revenu :

- A - contrepoids
- B - four électrique
- C - bain métallique .

Lors de la manipulation, le four guidé par deux rails verticaux et équilibré par deux contrepoids, se déplace de bas en haut, de manière à ce que l'échantillon soit totalement immergé dans le bain métallique. Les variations de longueur sont converties en variations de tension que l'on mesure à l'aide du millivoltmètre Sefram à déroulement de papier et dont les vitesses s'échelonnent entre 12 et 300 mm par minute. Dans le cas du revenu à la température ambiante, les transformations sont lentes et nous remplaçons l'enregistreur Sefram par le millivoltmètre enregistreur Meci.

2 - Emploi en trempe étagée

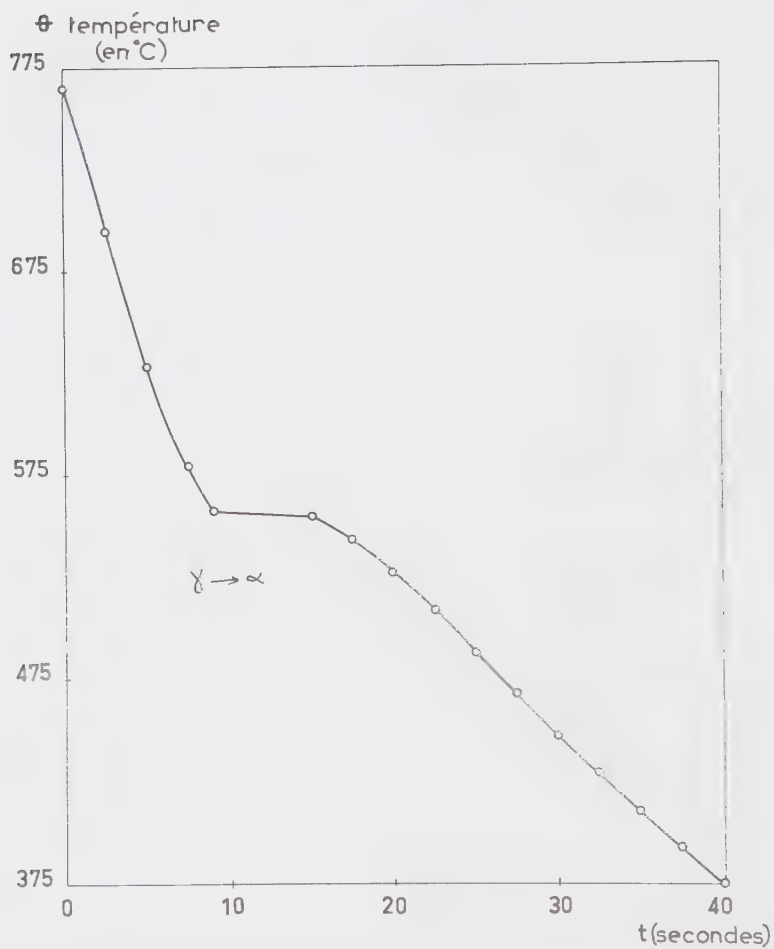
L'échantillon est disposé de la même façon que précédemment et les mesures sont effectuées selon le même principe. Toutefois, l'ensemble mobile est constitué de deux fours électriques à creusets identiques reposant sur une plaque circulaire. L'un de ces creusets renferme un mélange de sels de composition :

{	carbonate de potassium	34,6 grammes,
	chlorure de potassium	33,7 grammes,
	carbonate de sodium	30,7 grammes,
	carbonate de magnésium	1 gramme.

Ce mélange fond à 450°C et il est très stable à 700°C. Il corrode peu l'uranium et l'acier utilisé pour les creusets. L'autre four contient un bain d'étain.

La manipulation débute par le maintien de l'échantillon, environ 10 minutes, à l'intérieur du bain de sels. Un mouvement de translation vertical suivi immédiatement d'un mouvement de rotation horizontal permet de substituer rapidement (en 2 secondes) le bain d'étain au bain de sels. A la sortie du premier bain, l'échantillon se recouvre d'une mince pellicule de sels qui empêche son oxydation. Un stabilisateur électronique de tension alimente le second four sous

FIGURE 9



Analyse thermique simple : enregistrement obtenu au moyen du galvanomètre à suiveur de spot au cours de la trempe d'un alliage U-2%Nb dans l'argon gazeux ($V_r \approx 1300^\circ\text{C}/\text{mn}$).

une tension suffisamment constante pour que sa température soit stabilisée à $\pm 1^{\circ}\text{C}$. La température de chaque bain est réglée à l'aide d'un alternostat. Les variations de tension produites par les variations de longueur de l'échantillon sont appliquées au millivoltmètre Sefram.

VII - Analyse thermique simple

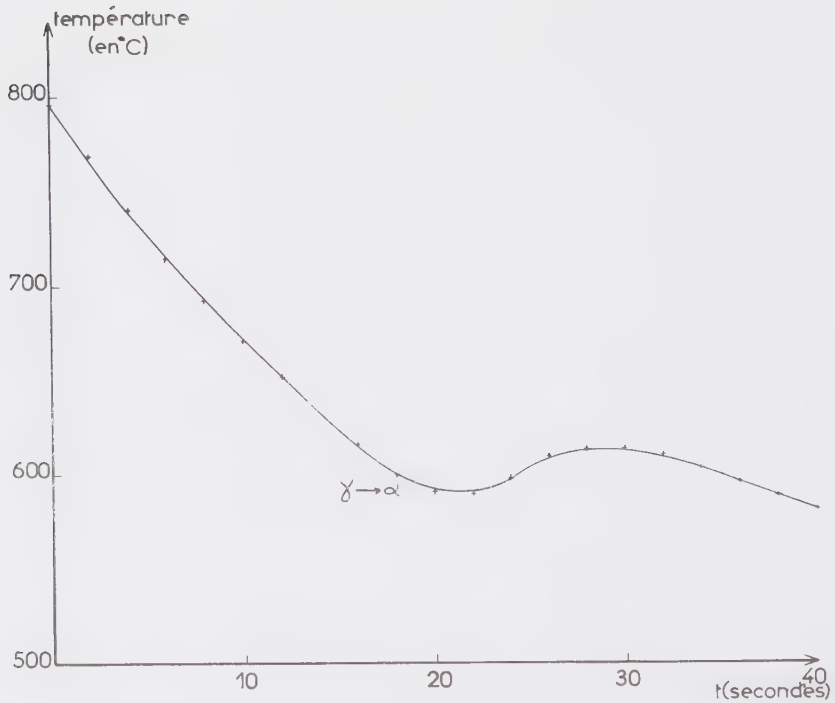
La plupart des éprouvettes que nous avons utilisées en analyse thermique possèdent la même longueur que les éprouvettes dilatométriques mais elles ont un diamètre de 4 mm. Cependant, comme la sensibilité croît lorsque le rapport surface/volume décroît, nous avons fait quelques expériences sur des échantillons de 10 mm de hauteur et de 8 ou 10 mm de diamètre.

Afin d'éviter les apports de chaleur par la tige de suspension de l'échantillon, nous avons remplacé cette tige par un fil d'alliage nickel-chrome, ou parfois un fil de molybdène qui vient s'enrouler sur une gorge spécialement usinée à la partie supérieure de l'éprouvette. Ce montage ne permet pas l'immersion de l'échantillon dans un liquide ; il convient très bien à l'analyse thermique pour des vitesses de refroidissement comprises entre 1 et 1500°C par minute.

Les vitesses de refroidissement s'échelonnant entre 1 et $16^{\circ}\text{C}/\text{minute}$ sont obtenues par refroidissement normal du four. Nous réalisons des vitesses de 20 à $200^{\circ}\text{C}/\text{minute}$ en refroidissant le tube de sillimanite par un courant d'argon. Nous mesurons les vitesses de refroidissement supérieures après trempe directe de l'échantillon dans l'argon gazeux.

Les transformations se caractérisent sur les courbes d'enregistrement soit par un palier (figure 9), soit par un arrêt thermique suivi d'une remontée de température (de l'ordre de 20°C)

FIGURE 10



Analyse thermique simple : enregistrement obtenu au moyen du galvanomètre à suiveur de spot au cours de la trempe à l'air d'un alliage U-1,5 % Mo [$V_r \approx 600^\circ\text{C}/\text{mn}$].

lorsque le contact thermocouple-échantillon est parfait, c'est-à-dire lorsque le thermocouple est soudé sur l'échantillon (figure 10).

Des essais complémentaires ont été effectués, en analyse thermique différentielle, sur des échantillons prélevés dans les mêmes alliages et refroidis depuis 800°C aux vitesses comprises entre 1,1 et 100°C/mn. Cette méthode nous permet de distinguer, plus précisément que l'analyse thermique simple, les transformations $U_{\gamma} \longrightarrow U_{\beta} \longrightarrow U_{\alpha}$ et de savoir à partir de quelle vitesse la transformation $U_{\gamma} \longrightarrow U_{\alpha}$ se produit sans passage intermédiaire par la phase β .

VIII - Essais mécaniques

Les essais de dureté Vickers sont réalisés sous une charge de 40 kg.

Les essais de traction à la température ordinaire (25°C) sont effectués soit sur une machine Amsler, soit au moyen d'une machine horizontale Adamel qui peut travailler sous un vide secondaire de 10^{-5} torr.

CHAPITRE II

ETUDE DES TRANSFORMATIONS DE LA PHASE GAMMA

Nous avons étudié les transformations qui se produisent au cours du refroidissement depuis le domaine γ_1 dans les alliages uranium-niobium, de la même façon que Madame J. Lehmann sur les alliages uranium-molybdène (4) (6) (8).

Les alliages uranium-niobium à 1 et 2 % en poids de niobium ont été maintenus à 800°C pendant une heure, puis refroidis à l'intérieur du four jusqu'à la température ambiante ou trempés dans différents milieux : argon gazeux, huile, eau, solution diluée de chlorure de potassium (10 %). Nous avons réalisé également quelques essais de trempe à l'eau sur un alliage à 4 % de niobium.

Nous avons vérifié que, pour ces teneurs inférieures à la limite de trempabilité généralement admise pour la phase γ_1 , aucun de ces procédés de trempe ne permet de retenir cette phase qui se transforme soit en phase β puis en phase α au cours du refroidissement soit directement en phase α .

La phase α finale est d'autant plus sursaturée en niobium que la vitesse de refroidissement est plus élevée. De la

même manière que R. Sifferlen, J. Guillaumin et A. Saulnier (9) qui ont considéré la transformation structurale des alliages U-1,5 % Mo par trempe à partir de la phase γ , nous avons précisé la morphologie et la formation des structures résultantes. Nous avons retrouvé par la suite ces différents types de structures dans des soudures effectuées par bombardement électronique ; leurs propriétés mécaniques ont été établies dans le cas des alliages U-1,5 % Mo.

Nous avons suivi l'évolution, par recuit à 550°C de ces phases métastables obtenues notamment sur un alliage uranium-molybdène à 1,5 % de molybdène.

I - Influence de la vitesse de refroidissement sur les températures de début des transformations $U_{\gamma} \rightarrow U_{\beta} \rightarrow U_{\alpha}$.

Nous avons déterminé par analyse thermique les températures commençantes des transformations $U_{\gamma} \rightarrow U_{\beta} \rightarrow U_{\alpha}$ dans les alliages à 1 et 2 % de niobium pour des vitesses de refroidissement comprises entre 1 et 1500°C/mn, mesurées à la température de 720°C.

- Alliage U-1 % Nb

Les deux transformations $U_{\gamma} \rightarrow U_{\beta}$ et $U_{\beta} \rightarrow U_{\alpha}$ apparaissent sur les courbes enregistrées tant que la vitesse de refroidissement ne dépasse pas 100°C/mn. La température de début de la transformation $U_{\gamma} \rightarrow U_{\beta}$ décroît linéairement de 710 à 660°C lorsque la vitesse croît de 1,1 à 100°C/mn. Dans ce même intervalle, la réaction $\beta \rightarrow \alpha$ débute à des températures décroissant de 620 à 560°C environ.

Au-delà de 100°C/mn, nous n'observons plus qu'un seul arrêt thermique sur les courbes de refroidissement. La transformation $U_{\gamma} \rightarrow U_{\alpha}$ se produirait directement sans passage intermédiaire

par la phase $\underline{\beta}$. Des examens par microscopie électronique semblent appuyer cette affirmation : dans les zones $\underline{\alpha}$ correspondant à un échantillon refroidi à la vitesse de 2°C/mn, nous distinguons une précipitation de bâtonnets γ_1 qui pourraient provenir, comme dans les alliages U-1,1 % Mo, de la décomposition eutectoïde $\beta \rightarrow \alpha + \gamma_1$ (figure 11). Par contre, les échantillons refroidis rapidement ne présentent pas de tels précipités ; il y aurait suppression de la transformation intermédiaire $\gamma_1 \rightarrow \beta$. Nos observations micrographiques se rattacheraient aux idées de certains auteurs (30) (31) (figure 3b) qui prétendent que la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ des alliages U-Nb est de type eutectoïde.

La réaction directe $\gamma_1 \rightarrow \alpha$ a lieu à des températures qui décroissent de 620 à 610°C lorsque la vitesse de refroidissement croît de 500 à 1500°C/mn.

- Alliage U-2 % Nb

Les courbes d'analyse thermique ne mettent en évidence qu'une seule transformation, même lors des refroidissements très lents. Il n'y aurait pas passage par la phase $\underline{\beta}$. La température de début de réaction diminue de 620 à 560°C au fur et à mesure que la vitesse de refroidissement augmente de 1,1 à 1500°C/mn (figure 12).

Le niobium a une action comparable à celle du molybdène sur les transformations de l'uranium gamma.

Ces expériences correspondent à des vitesses de refroidissement relativement faibles, parce que le montage d'analyse thermique que nous avons utilisé ne permet pas l'immersion de l'échantillon dans un liquide. Toutefois, nous avons pu effectuer sur des éprouvettes de 10 mm de diamètre des trempes à l'huile au moyen de la suspension habituelle ; les vitesses mesurées au coeur de l'échantillon étaient de l'ordre de 2500 - 3000°C/mn. Lorsque le

FIGURE 11



a

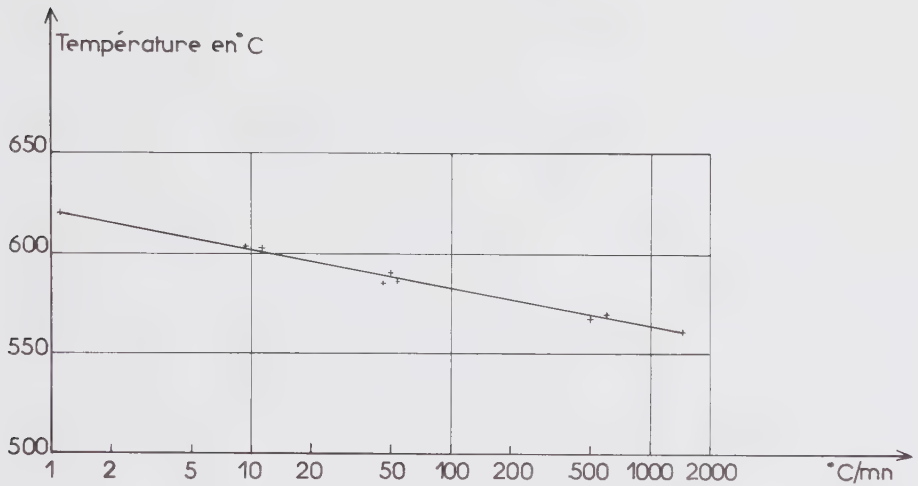


b

Alliage U-1

maintenu 1 heure à 800°C et refroidi à la vitesse
de 2°C/mn.

FIGURE 12



Relation entre la vitesse de refroidissement et la température commençante de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ dans un alliage U-2% Nb.

contact thermocouple-éprouvette était parfait, nous avons noté également, sur les courbes enregistrées, un arrêt thermique suivi d'une remontée de température (de 10°C environ) pendant moins d'une seconde. Ces phénomènes, correspondant à la transformation $U_{\gamma} \rightarrow U_{\alpha}$ de l'uranium, sont généralement associés à des réactions par germination et croissance.

II - Classification des structures de trempe suivant les vitesses de refroidissement.

L'étude des structures de trempe nous conduit à distinguer trois domaines de vitesses de refroidissement :

- les vitesses inférieures à 100°C par minute, c'est-à-dire les refroidissements réalisables dans les fours de traitements thermiques industriels.
- les vitesses comprises entre 100 et 5000°C/mn (à 720°C).
- les vitesses supérieures à 5000°C/mn et inférieures à la limite de 36000°C/mn (600°C/sec.), que nous n'avons pas dépassée.

1 - Vitesses inférieures à 100°C/mn

Lorsque les alliages uranium-niobium sont refroidis à l'intérieur du four après un maintien d'une heure à 800°C, nous obtenons toujours le mélange de phases ($\alpha + \gamma_1$) qui résulte de :

- la double transformation $\gamma_1 \rightarrow \beta + \gamma_1 \rightarrow \alpha + \gamma_1$ pour la teneur en niobium égale à 1 %.
- la réaction $\gamma_1 \rightarrow \alpha + \gamma_1$ pour l'alliage U-2 % Nb.

La réaction eutectoïde $\gamma_1 \rightarrow \alpha + \gamma_2$ est en effet très lente et ne peut se produire qu'après des revenus prolongés, effectués vers 550°C.

Ce mélange présente une structure lamellaire sensiblement analogue à celle qui est mise en évidence dans les alliages à l'état brut de coulée (figures 4 et 5b) : elle se caractérise par l'alternance des phases α et γ_1 ; les lamelles sont d'autant plus fines que la vitesse de refroidissement et la concentration en niobium sont plus élevées. Dans les zones $\underline{\alpha}$ du premier alliage, nous distinguons des bâtonnets γ_1 provenant de la décomposition eutectoïde $\beta \rightarrow \alpha + \gamma_1$. Pour les refroidissements les plus lents, les zones γ_1 dont la teneur en niobium est inférieure à la limite de stabilité de cette phase, apparaissent décomposées suivant le schéma : $\gamma_{1\text{pauvre}} \longrightarrow \alpha + \gamma_{1\text{riche}}$ (figure 11).

Les clichés de Debye-Scherrer permettent d'identifier très facilement et très sûrement l'uranium $\underline{\alpha}$. Par contre, les raies de la phase γ_1 sont difficilement décelables. Seule la raie $(110)_{\gamma}$ se détache nettement des raies $(110)_{\alpha}$ - $(021)_{\alpha}$ - $(002)_{\alpha}$ qui la précèdent sur les diagrammes obtenus au diffractomètre Siemens.

2 - Vitesses comprises entre 100 et 5000°C/mn (à 720°C)

La matrice gamma subit la réaction directe $\gamma_1 \rightarrow \alpha + \gamma_1$. Aux grossissements optiques, les échantillons refroidis à quelques centaines de degrés par minute, présentent un aspect très voisin (alternance des phases α et γ_1) de celui des alliages refroidis lentement : les lamelles correspondantes sont d'autant plus fines que le refroidissement est plus rapide. La micrographie électronique révèle, pour les deux compositions, une structure formée de fines plaquettes enchevêtrées et orientées suivant quelques directions privilégiées : sur la figure 13 relative à l'alliage U-1 % Nb refroidi à une vitesse de l'ordre de 1000°C/mn, les plus longues plaquettes atteignent quelques microns.

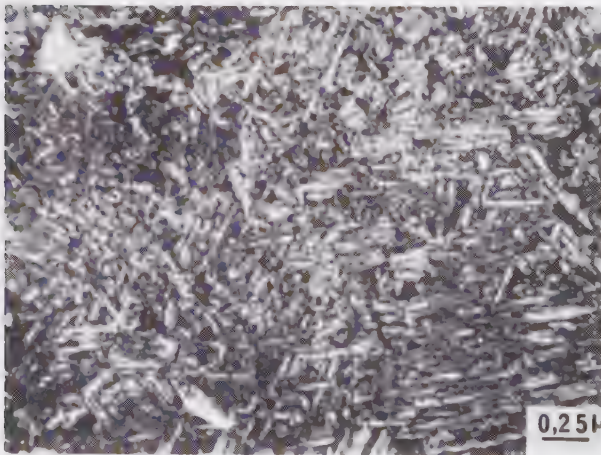
FIGURE 13



Alliage U-1 % Nb

maintenu à 800°C pendant 1 heure et refroidi à la
vitesse de 1000°C/mn à 720°C.

FIGURE 14



Structure de Widmanstätten dans un alliage
U-1 %Nb.

Par analogie avec les alliages uranium-molybdène (9), nous appellerons cette structure "une structure tressée".

Les mesures de paramètres, par rayons X, montrent que la phase α est proche de sa composition d'équilibre tant que les vitesses de refroidissement restent inférieures à 3000°C/mn. La phase γ_1 enrichie est décelable sur les clichés. Sa teneur minimale en niobium est de 5 %.

Au-delà de 3000°C/mn, c'est-à-dire par trempe à l'huile, la structure tressée s'affine davantage : la phase α précipite en structure de Widmanstätten (figure 14). Elle est composée de plaquettes submicroscopiques α_s dans la matrice γ_1 . Le contraste entre les phases α_s et γ_1 , dont les interfaces sont mal définis, est plus faible que dans la structure tressée.

En radiocristallographie, la structure de Widmanstätten donne un diagramme de phase α déformée dont le paramètre b est intermédiaire entre celui de la phase martensitique α' (5,816 Å pour l'alliage à 2 % de niobium) et celui de la phase α d'équilibre (5,862 Å). La phase γ_1 , distordue ou trop finement dispersée, n'est pas décelée sur les clichés de rayons X.

Remarque

Nous avons considéré uniquement les transformations qui se produisent au coeur de la matrice. Il faut tenir compte également des réactions qui s'amorcent aux joints de grains et à partir des particules de carbures. Elles se distinguent nettement des précédentes par leur apparition dès les températures élevées et leur aspect perlitique caractérisé par un front de croissance et par des lamelles unidirectionnelles de phase α dans la matrice γ_1 . Cette structure rappelle celle des alliages uranium-molybdène (figures 35 a, b et c). Le temps d'incubation de cette transformation perlitique par décomposition directe à haute température de la phase γ_1 en $(\alpha + \gamma_1)$ est extrêmement bref.

3 - Vitesses supérieures à 5000°C/mn

Ces vitesses sont obtenues essentiellement par des trempes à l'eau et aussi dans une solution diluée de chlorure de potassium.

La matrice γ_1 se transforme entièrement en martensite α' . Les clichés de Debye-Scherrer réalisés sur les échantillons trempés mettent en évidence les raies caractéristiques de la phase α . Celles qui présentent un indice de Miller k élevé sont déplacées de façon notable tandis que celles d'indice k faible ne subissent pratiquement aucune altération. Cette phase α possède donc un paramètre b inférieur à la valeur normale qu'il a dans les alliages refroidis lentement. Par contre, les paramètres a et c ne changent pour ainsi dire pas.

Nous avons effectué nos mesures en utilisant le chlorure de sodium comme étalon et nous avons réuni les résultats dans le tableau suivant :

<u>Structure α normale</u>	<u>Structure α' martensitique</u>	
% de niobium : 1 & 2	% Nb = 1	% Nb = 2
$a = 2,856 \overset{\circ}{\text{\AA}}$	$a = 2,856 \overset{\circ}{\text{\AA}}$	$a = 2,856 \overset{\circ}{\text{\AA}}$
$b = 5,862 \overset{\circ}{\text{\AA}}$	$b = 5,844 \overset{\circ}{\text{\AA}}$	$b = 5,816 \overset{\circ}{\text{\AA}}$
$c = 4,956 \overset{\circ}{\text{\AA}}$	$c = 4,956 \overset{\circ}{\text{\AA}}$	$c = 4,956 \overset{\circ}{\text{\AA}}$

Ces valeurs ont été déterminées avec une précision qui ne dépasse pas $\pm 0,002 \overset{\circ}{\text{\AA}}$.

Elles montrent que le paramètre b est d'autant plus abaissé que les teneurs en niobium sont plus fortes : il décroît respectivement de 2/100 et de 5/100 $\overset{\circ}{\text{\AA}}$ environ pour les alliages à 1 et 2 % en poids de niobium. J. Delaplace (28) note une diminution de 3/100 $\overset{\circ}{\text{\AA}}$ dans un alliage à 1,1 % de molybdène et nous-même (18) trouvons une variation un peu inférieure à 4/100 $\overset{\circ}{\text{\AA}}$

pour une teneur en molybdène de 1,5 %. Les atomes de niobium et de molybdène pouvant être considérés comme des sphères de diamètres respectifs 2,85 et 2,72 Å, la substitution de ces éléments à l'uranium devrait conduire à une contraction de l'axe $\vec{b}$, plus faible dans le cas du niobium. Nos résultats sont en bon accord avec cette prévision.

Les examens micrographiques mettent en évidence une structure en aiguilles aussi bien dans les alliages U-1 % et U-2 % Nb que dans l'alliage à 1,5 % de molybdène (figures 15a - 15b et 24a et 24b). Ces aiguilles apparaissent très denses et très serrées ; les plus longues, entre lesquelles s'intercalent des aiguilles de très petite taille, sont orientées suivant plusieurs directions privilégiées.

Les anciens joints de grains γ ne sont marqués par aucune réaction de type perlitique (figures 15a et 24b).

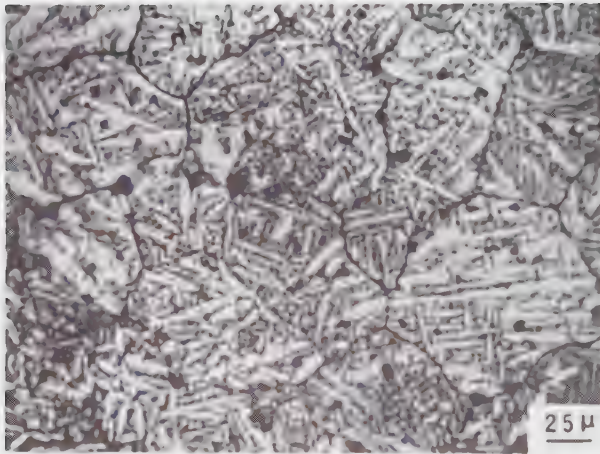
La structure de trempe de l'alliage à 4 % de niobium est différente : elle est formée de bandes parallèles (32). La déformation de la maille α suivant l'axe $\vec{b}$ est de 7/100 Å environ ; elle se rattache au système monoclinique.

L'étude des transformations structurales des alliages U-Nb par refroidissement à partir de la phase gamma montre qu'elles sont tout à fait comparables à celles des alliages U-Mo de même teneur.

La structure tressée résulte d'un mécanisme de germination et croissance de la phase α suivant des plans caractéristiques de la phase γ : elle est d'autant plus fine que la vitesse de refroidissement est plus élevée.

La structure de Widmanstätten, intermédiaire entre la structure tressée et la martensite, est formée par germination

FIGURE 15



Alliage U-1 % Nb a

maintenu à 800°C pendant 1 heure et trempé
eau ($V_r = 36000^\circ\text{C}/\text{mn}$ à 750°C).



Alliage U-2 % Nb b

maintenu à 800°C pendant 1 heure et trempé
eau ($V_r = 36000^\circ\text{C}/\text{mn}$ à 750°C).

en cohérence et croissance contrôlée par la diffusion du niobium ou du molybdène à courte distance (33).

La phase α' provient, quant à elle, d'un mécanisme de cisaillement.

Il est difficile d'obtenir isolément ces différents types de structures, de dissocier - par exemple dans un échantillon refroidi rapidement - la structure de Widmanstätten de la structure tressée : nous observons souvent des structures complexes résultant de l'un ou l'autre mécanisme suivant les conditions thermiques locales. Elles coexistent généralement, en particulier dans les soudures effectuées par bombardement électronique.

III - Propriétés mécaniques des alliages U-Mo, à 0,5 et 1,5 % en poids de molybdène, refroidis à différentes vitesses depuis le domaine γ .

Nous avons tenté d'étudier d'une manière quantitative la fragilité des soudures dans les pièces en uranium-molybdène.

En soumettant deux échantillons cylindriques soudés en U-1,5 % Mo à des essais de vibration, nous avons constaté que des fissures se propagent transversalement à la fois dans le cordon de soudure et dans toute la partie adjacente à ce dernier. Ces criques intragranulaires (figure 16) s'arrêtent dès qu'elles atteignent la zone non influencée par le soudage.

Nous avons pu estimer la fragilité des zones "fondue" et "transformée" grâce aux travaux de nombreux auteurs sur les propriétés mécaniques des alliages uranium-molybdène trempés, en particulier à ceux de B.F. Hills, B.R. Butcher et B.W. Howlett (34). Toutefois, nous avons voulu reprendre cette étude dans le cas particulier du soudage par bombardement électronique.

FIGURE 16



Uranium / molybdène

Soudure par bombardement électronique.

Nous avons alors reconstitué les structures rencontrées dans nos soudures en traitant thermiquement deux alliages uranium-molybdène depuis la phase γ et nous avons déterminé, par des essais de traction effectués à la température ambiante, les caractéristiques de ces différents types de structures.

Nous avons choisi deux alliages de teneurs en molybdène : 0,5 et 1,5 % (en poids). Le premier contient 172.10^{-6} de carbone et le second 140.10^{-6} .

1 - Conditions expérimentales

Les ébauches d'éprouvettes de traction, prélevées dans les lingots, ont subi deux sortes de traitements thermiques : refroidissements continus et trempes étagées ou directes. Les premières ont été maintenues dans un four sous vide à 800°C pendant 15 minutes, puis elles ont été refroidies à des vitesses comprises entre 1 et 180°C par minute (vitesse mesurées à 660°C). Les autres ont été placées dans des ampoules sous vide primaire, puis portées également à 800°C et trempées, soit dans un bain métallique (Pb-Bi) chauffé à diverses températures, soit dans l'huile ou dans l'eau ; lors de la trempe directe, les ampoules sont cassées au moment de l'immersion.

Les ébauches sont ensuite usinées sous la forme d'éprouvettes de traction cylindriques. La vitesse de déformation sur la machine Amsler a été fixée à 0,2 mm par minute.

Les examens micrographiques ont été effectués dans les têtes d'éprouvettes (dans la zone la plus proche de la partie utile).

2 - Résultats

A - Alliage contenant 1,5 % de molybdène

Nous avons groupé, dans le tableau I*, les valeurs de la résistance à la rupture, de l'allongement et de la striction

* Tableau correspondant à la fin du chapitre

FIGURE 17



a



b



c



d

(a) $V_r = 1^\circ\text{C}/\text{mn.}$

(c) $V_r = 30^\circ\text{C}/\text{mn.}$

(b) $V_r = 10^\circ\text{C}/\text{mn.}$

(d) $V_r = 80^\circ\text{C}/\text{mn.}$

U-1,5 % Mo - Refroidissement contrôlé depuis 800°C à différentes vitesses.

se rapportant aux différents types de structure obtenus. Les vitesses de refroidissement, malgré l'imprécision de leur mesure dans le cas des trempes étagées et des trempes directes, sont classées dans un ordre croissant.

a) Vitesses comprises entre 1 et 180°C par minute

Les échantillons se présentent sous l'aspect de grains α , d'autant plus fins que le refroidissement est plus rapide (figures 17a, 17b, 17c, 17d).

La charge de rupture augmente régulièrement de 81,2 à 119,8 kg/mm² lorsque la vitesse de refroidissement croît tandis que l'allongement décroît assez vite de 12,7 à 4 %.

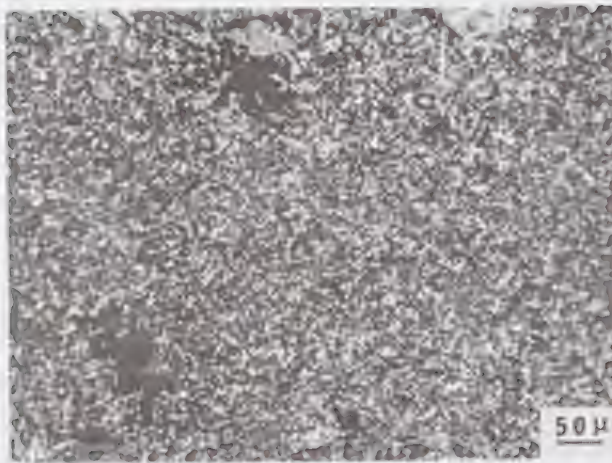
b) Vitesses comprises entre 180 et environ 500°C/mn.

Les lamelles alternées de phases α et γ s'affinent encore aux stades des trempes étagées (figure 18, correspondant à un maintien de l'éprouvette à 552°C pendant 3 minutes) et de trempe à l'eau sous ampoule (figure 19) ; elles peuvent finalement devenir très serrées et n'apparaître très nettement qu'au microscope électronique.

Pour ces derniers traitements, la résistance à la rupture est voisine de 115 kg/mm², alors que nous comptions trouver des valeurs au moins égales à celle que l'on obtient après un refroidissement à la vitesse de 180°C/mn. Cette anomalie s'explique sans doute par la présence d'hétérogénéités structurales : en effet, la décomposition lamellaire est généralement plus grossière aux joints de grains et autour des inclusions. Quant à l'allongement, il continue à décroître et devient faible, de l'ordre de 3 % pour des vitesses de refroidissement voisines de 300°C/mn.

FIGURE 18

Alliage uranium-1,5 % molybdène
maintenu à 800°C pendant 15 minutes



Trempé (sous ampoule) à 552°C.

FIGURE 19



Refroidi à la vitesse $\approx 300^\circ\text{C}/\text{mn}$.

c) Vitesses supérieures à 500°C/mn

Les trempes à l'huile, réalisées avec rupture de l'ampoule au moment de l'immersion, font en général apparaître des structures mixtes : lamellaires le long des joints de grains et autour des inclusions, du type de précipitation de Widmanstätten à l'intérieur des grains (figures 14 et 35a, b et c).

Les charges de rupture correspondantes dépassent 120 kg/mm^2 et les allongements sont presque nuls (1,3 %).

Les trempes à l'eau produisent la phase martensitique α' (figures 15a, 15b et 24a et 24 b), que nous n'avons pas rencontrée seule, mais en présence de la structure de Widmanstätten dans les soudures en U-1,5 % Mo. La charge de rupture a été trouvée égale à 110 kg/mm^2 et l'allongement à 2 % environ. Il faut préciser que ces valeurs ont été déterminées de façon assez inexacte car les éprouvettes correspondantes étaient déformées.

Grâce à ces refroidissements variés, il est possible de connaître les caractéristiques mécaniques pour chaque type de structure constituant les soudures en U-1,5 % Mo. En particulier, le cordon de soudure et la zone "transformée" proche de la zone "fondue", qui présentent des structures mixtes, sont deux parties très fragiles (faible ductilité et charge de rupture élevée).

B - Alliage contenant 0,5 % de molybdène

Les mêmes traitements thermiques ont été réalisés avec l'alliage à 0,5 % de molybdène.

Les caractéristiques mécaniques sont rassemblées dans le tableau II.*

a) Vitesses comprises entre 1 et 180°C/mn.

La résistance à la rupture croît moins régulièrement

* Tableau correspondant
à la fin du chapitre

en fonction de la vitesse de refroidissement que dans le cas de l'alliage précédent. L'affinage de la structure, moins progressif, ainsi que l'hétérogénéité dans la taille des grains sont, vraisemblablement, la cause de cette irrégularité.

Nous trouvons, toutefois, des valeurs de R élevées, de l'ordre de 100 kg/mm^2 . Quant à l'allongement, il est important : en moyenne 13 % ; il dépasse beaucoup celui de l'alliage à 1,5 % de molybdène.

La figure 20 représente l'aspect de l'alliage à 0,5 % de molybdène refroidi à la vitesse de 130°C/mn .

b) Vitesses comprises entre 180 et environ 500°C/mn

Au fur et à mesure que le refroidissement s'accélère, les grains α , de taille non uniforme, épousent un contour très déchiqueté, révélé par la micrographie 21 qui se rapporte à un échantillon trempé dans l'eau sous ampoule.

La charge de rupture atteint, dans ce dernier cas, 85 kg/mm^2 et l'allongement demeure encore assez élevé : 8 %.

c) Vitesses supérieures à 500°C/mn

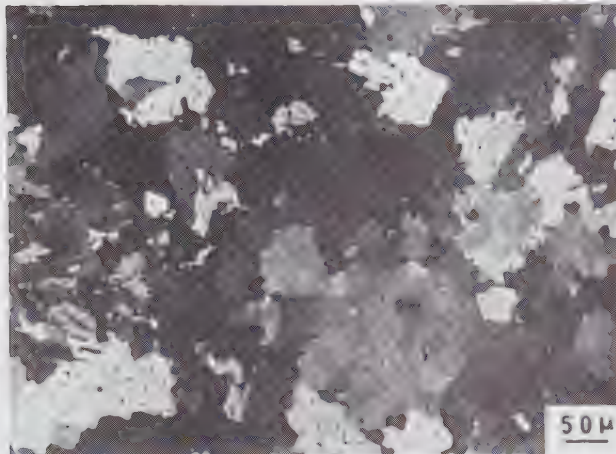
Les trempes à l'huile et surtout les trempes à l'eau (avec rupture de l'ampoule) font apparaître, en général, des structures encore plus déchiquetées (figure 22), provenant de la transformation de type martensitique de la phase β .

Pour de tels refroidissements, la résistance mécanique est de l'ordre de 80 kg/mm^2 ; quant à l'allongement, il peut baisser de 8 % jusqu'à la valeur de 4 %.

FIGURE 20

Alliage Uranium-0,5 % Molybdène

maintenu à 800°C pendant 15 minutes



Refroidi à la vitesse de 130°C/mn.

FIGURE 21



Refroidi à la vitesse $\approx 300^{\circ}\text{C/mn}$.

FIGURE 22



Alliage Uranium-0,5 % Molybdène

Maintenu à 800°C pendant 15 minutes et trempé
eau.

Dans les pièces soudées par bombardement électronique, même lorsque nous prenons le soin de réaliser un préchauffage vers 250°C, le cordon de soudure et la zone "transformée" sont toujours constitués de grains plus ou moins déchiquetés. Ces structures, dont la résistance moyenne est de 80 kg/mm² et l'allongement à la rupture compris entre 8 et 4 %, sont moins fragiles que celles que l'on rencontre dans les soudures en U-1,5 % Mo.

3 - Essais de résilience et de dureté

Nous avons complété cette étude par quelques essais de résilience effectués à la température ordinaire sur des alliages de teneurs en molybdène : 0,5 - 1 - 1,5 et 2 %, à l'aide du mouton pendule de Charpy (30 kgm).

Malgré le faible écart observé dans la résilience entre deux structures extrêmes (de 3 kgm environ pour l'état brut de coulée à 1,5 kgm pour l'état trempé), nous notons cependant une diminution assez progressive de cette caractéristique lorsque la vitesse de refroidissement croît.

Pour les alliages contenant 1,5 et 2 % de molybdène, en particulier, la résilience minimale est atteinte en présence des structures mixtes.

Nous avons évalué, enfin, les microduretés de pièces en U-1,5 % Mo soudées par bombardement électronique.

Nous avons utilisé une charge de 25 grammes.

Lorsque l'alliage est soudé sans préchauffage, nous trouvons des valeurs à peu près identiques dans les zones "fondue" et "transformée" : 550 kg/mm² ; l'U-1,5 % Mo brut de coulée présente, par contre, une microdureté moyenne de 300 kg/mm².

Un préchauffage à la température de 250°C, qui n'empêche pas la formation des structures mixtes, abaisse peu la dureté : 500 kg/mm² dans les deux zones.

En conclusion, nous avons essayé de préciser la fragilité des soudures dans les pièces en uranium-molybdène, en analysant les structures auxquelles donne naissance le soudage par bombardement électronique et en déterminant leurs propriétés mécaniques.

L'alliage à 0,5 % de molybdène se prêterait le mieux à ce traitement qui ne produit pas les structures pseudo-martensitiques caractéristiques des alliages plus chargés. Pour ces derniers, un préchauffage au-dessus de 300°C est nécessaire si l'on veut ralentir le refroidissement des soudures dans le domaine de température critique, entre 650 et 500°C, et diminuer quelque peu leur fragilité.

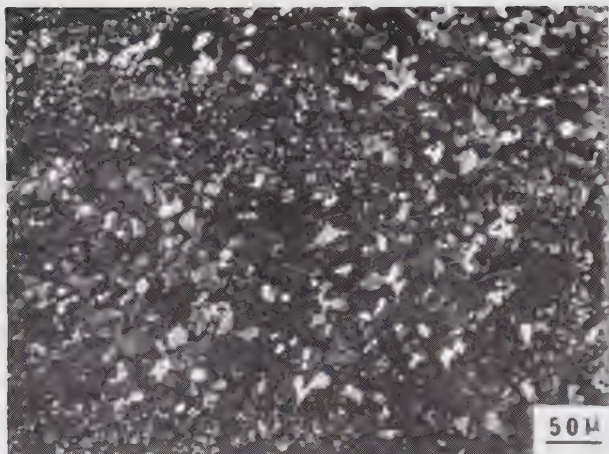
IV - Evolution par recuit des phases métastables dans les alliages uranium-niobium et uranium-molybdène.

La structure martensitique des alliages à 1 et 2 % en poids de niobium est stable à la température ambiante : huit mois après trempe, nous n'observons pas de variations des paramètres cristallins sur les clichés de rayons X et les aspects micrographiques sont à peu près identiques.

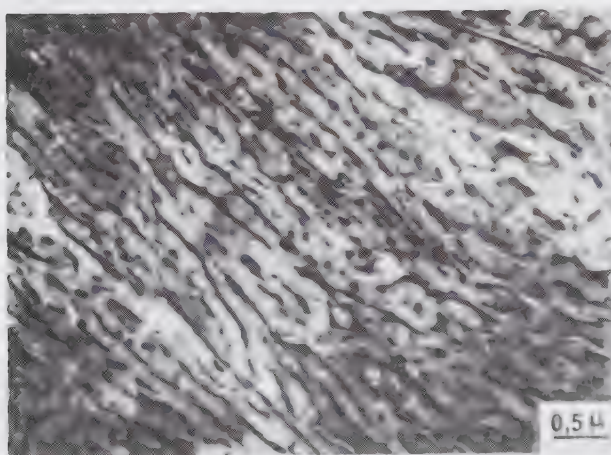
Un recuit effectué à 350°C pendant une heure semble peu efficace : les examens par microscopie optique ne révèlent aucun changement.

Après un recuit de 48 heures à 550°C, le paramètre b de la maille a a repris sa valeur normale, soit 5,862 Å. Les micrographies en lumière polarisée mettent en évidence la disparition des aiguilles a' ; la structure est formée par des grains a très

FIGURE 23



a



b

b) Alliage U-1 % Nb

maintenu 1 heure à 800°C, trempé eau et recuit
à 550°C pendant 48 heures.

fins (figure 23a). Par microscopie électronique, nous distinguons une fine perlite dans toute la matrice, constituée par le mélange des phases α et γ_2 (γ_2 : solution cubique centrée riche en niobium) (figure 23b).

Nous avons étudié les mécanismes de retour à l'équilibre des phases métastables, plus particulièrement dans un alliage uranium-molybdène à 1,5 % de Mo (18). Notre but était de suivre l'évolution, par recuit en haut du domaine ($\alpha + \gamma'$) du diagramme d'équilibre, des structures rencontrées dans les alliages U-1,5 % Mo soudés par bombardement électronique. Le cordon de soudure et la partie des pièces adjacente à ce dernier sont constitués par de la phase α sursaturée en molybdène, qui se présente micrographiquement sous l'aspect de plaquettes ultrafines α_s ou d'aiguilles martensitiques α' (10). Ces zones se caractérisent par une résistance à la rupture élevée et un très faible allongement, d'où leur fragilité. Nous avons alors effectué sur ces soudures des recuits à la température de 550°C afin d'améliorer leur ductilité.

Nous avons considéré tout d'abord isolément trois types de structures obtenues par refroidissement rapide depuis la phase γ et dont le degré de sursaturation en molybdène de la phase α est décroissant : martensite α' , structure de Widmanstätten α_s et structure tressée, lesquelles peuvent coexister dans une soudure (9).

Nous avons fait subir aux échantillons correspondants des recuits à 550°C et à 450°C, pendant des temps très variables, compris entre 36 secondes et 48 heures. Nous avons étudié leur évolution structurale, en utilisant la microscopie optique et la microscopie électronique, l'analyse radiocristallographique, les essais mécaniques, notamment dureté et essais de traction. Les mécanismes proposés par G.H. May (35) sont discutés, en particulier lors du retour à l'équilibre des phases α' et α_s .

Des essais de traction ont été réalisés ensuite sur des éprouvettes soudées en leur milieu par bombardement électronique et maintenues à 550°C pendant 12 minutes et 8 heures. Nous avons rapproché les résultats de ceux qui avaient été obtenus antérieurement dans le cas d'une structure homogène, retraitée thermiquement dans les mêmes conditions.

1 - Conditions expérimentales

Nous avons utilisé trois types d'alliages, dont les compositions sont indiquées dans le tableau suivant :

1 - U-1,48 % Mo - $105 \cdot 10^{-6}$ C	Examens micrographiques, aux rayons X, essais de dureté
2 - U-1,55 % Mo - $200 \cdot 10^{-6}$ C	Essais de traction sur éprouvettes non soudées
3 - U-1,51 % Mo - $105 \cdot 10^{-6}$ C	Essais de traction sur éprouvettes soudées

Le titre des impuretés dosées dans l'uranium est de l'ordre de $500 \cdot 10^{-6}$.

Nous avons souligné l'importance du taux de carbone, qui détermine la taille des grains $\underline{p}$, la finesse de la microstructure $\underline{\alpha}$ et la densité des inclusions de carbures. De même, l'allongement à la rupture paraît étroitement lié à la teneur de cette impureté.

a - Elaboration des échantillons et traitements thermiques

Les lingots bruts de coulée sont homogénéisés à 1000°C pendant 24 heures et refroidis lentement. Le premier est découpé sous la forme de plaquettes de dimensions (30 x 10 x 3 mm), les deux autres

en barreaux parallélépipédiques ($13 \times 13 \times 60$ mm) pour la préparation des éprouvettes de traction.

Les échantillons destinés aux examens micrographiques sont maintenus dans un four à 800°C , sous un vide secondaire de 10^{-5} torr, pendant une heure, puis trempés dans l'huile ou dans l'eau. Ces deux sortes de traitements conduisent respectivement aux phases α_s et α' . La structure tressée est obtenue par refroidissement à la vitesse de 250°C par minute environ : les plaquettes sont placées sous ampoule, à l'intérieur de laquelle règne un vide secondaire, elles sont plongées dans l'eau sans rupture de l'ampoule.

Les ébauches d'éprouvettes de traction, prélevées dans le deuxième lingot, sont traitées de façon identique, une par une.

Les recuits à 550 et 450°C sont effectués de deux manières : pour les temps inférieurs à 1 heure, les échantillons sont suspendus par un fil de molybdène dans un bain métallique Pb-Sn maintenu à la température désirée. Pour les temps plus longs, ils sont recuits dans un four sous vide.

Les pré-éprouvettes de traction sont ensuite usinées suivant leurs cotes finales, sous la forme d'éprouvettes cylindriques de dimensions utiles : diamètre 4 mm - longueur 40 mm.

Les blocs parallélépipédiques, issus du troisième lingot, sont accolés et traversés complètement en leur milieu par le faisceau d'électrons. Puis, ils sont usinés sous la forme d'éprouvettes de traction identiques aux précédentes.

b - Essais mécaniques

Les essais de dureté Vickers sont réalisés sous une

charge de 40 kg et la microdureté est évaluée sur le microscope Reichert, sous une charge de 67 grammes. Les essais de traction sont effectués à la température ordinaire, sous vide primaire, sur la machine horizontale Adamel. Les éprouvettes, au nombre minimal de trois pour un recuit donné, sont décapées électrolytiquement au préalable.

2 - Résultats concernant la phase α' du point de vue structural

La structure α' se caractérise par des aiguilles fortement maclées (figure 24 a), dont certaines atteignent plusieurs centaines de microns - la longueur dépendant en particulier de la dimension des anciens grains γ ; elles sont orientées suivant au moins trois directions. Les anciens joints γ ne sont marqués par aucune réaction de type perlitique (figure 24 b).

a - Recuit à 550°C

- Aspects micrographiques

La micrographie optique ne montre pas d'évolution très nette de la structure après 36 secondes ; toutefois, une très fine décomposition commence à apparaître le long des joints de grains γ (figure 25a). Après 2 minutes, nous notons une extension de cette décomposition au voisinage des sites de germination préférentiels (joints, sous-joints, inclusions, interfaces des aiguilles) : figure 26a. Au bout de 12 minutes, elle a gagné presque toute la surface de l'échantillon (figure 27a) : la structure semble formée de petits grains α ; cependant, nous distinguons des zones contenant encore des aiguilles α' . Après des temps plus longs, par exemple 8 heures et 48 heures, nous n'observons plus de phase α' mais uniquement des grains α (figure 28 a).

FIGURE 24



a



b

Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure α' - Pas de recuit.

FIGURE 25



a

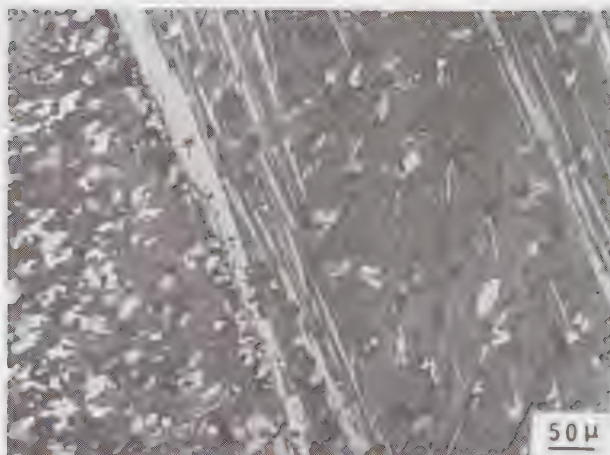


b

Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure α' - Recuit à 550°C pendant 36 secondes.

FIGURE 26



a



b

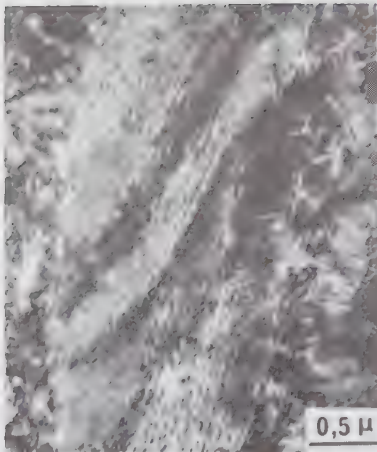
Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure α' - Recuit à 550°C pendant 2 minutes .

FIGURE 27



a



b

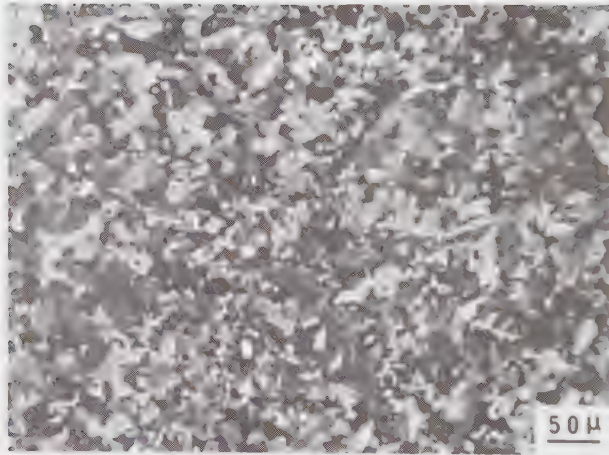


c

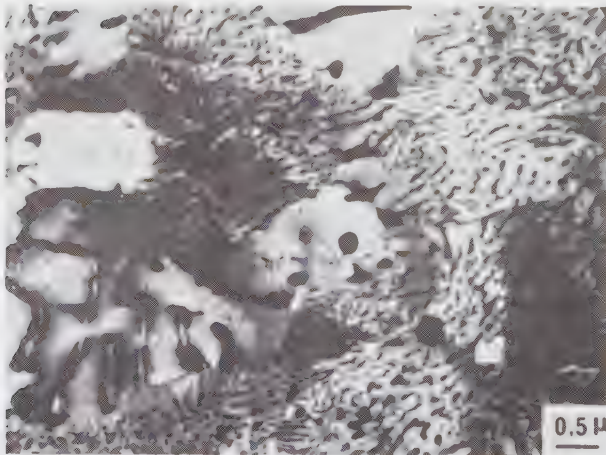
Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure α' - Recuit à 550°C pendant 12 minutes.

FIGURE 28



a



b

Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure α' - Recuit à 550°C pendant 8 heures .

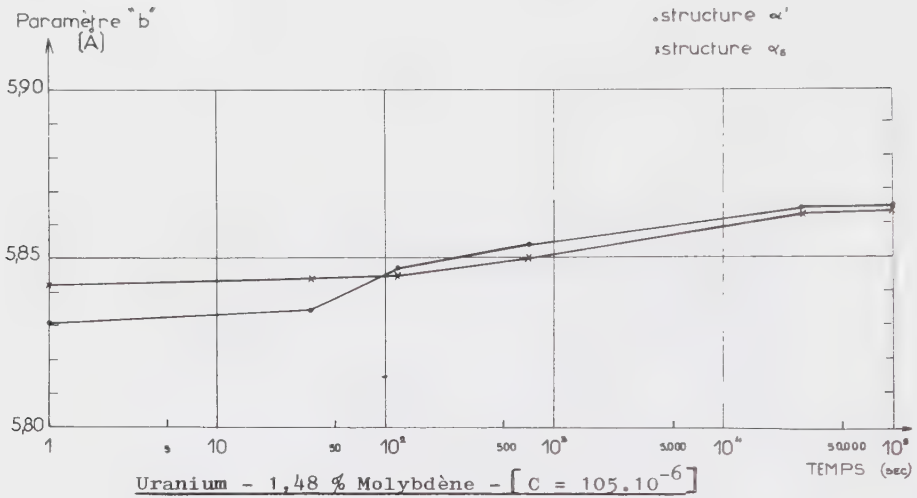
FIGURE 29



Uranium - 1,48 % Molybdène

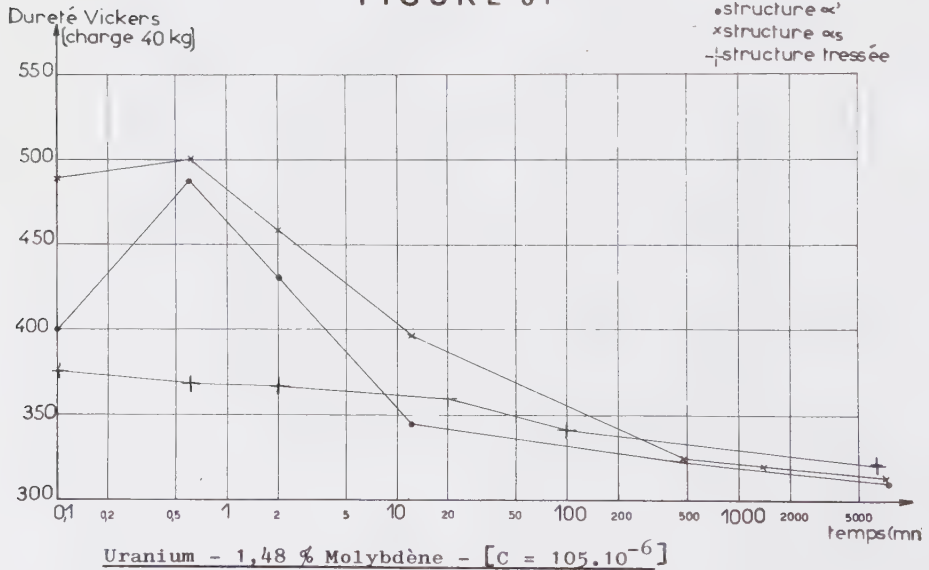
Structure α' - Recuit à 550°C pendant 48 heures .

FIGURE 30



Variation du paramètre "b" de la maille α en fonction du temps de recuit à 550°C.

FIGURE 31



Variations de la dureté en fonction du temps de recuit à 550°C.

Les examens au microscope électronique, effectués sur une plaquette recuite pendant 36 secondes, mettent en évidence des précipités extrêmement fins et alignés à l'intérieur de certaines aiguilles ; toutes ne paraissent pas recouvertes par ces particules (figure 25 b) . Les précipités se distinguent davantage sur toutes les aiguilles après 2 et 12 minutes (figures 26 b, 27b et 27c) . Ils grossissent d'autant plus que le traitement est plus long ; de plus, les aiguilles sont bien moins maculées. Cela est particulièrement net dans l'échantillon recuit pendant 12 minutes.

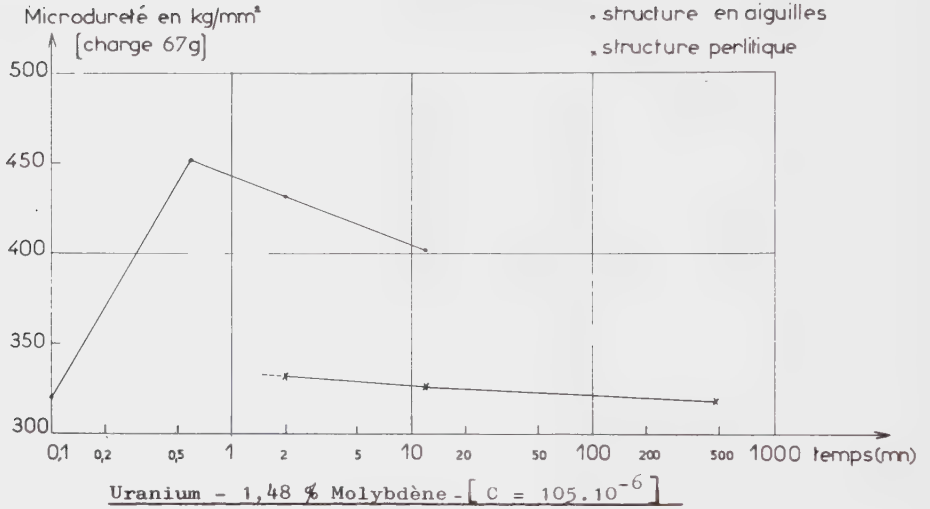
La réaction au voisinage des sites de germination progresse. Les lamelles alternées des phases $\underline{\alpha}$ et $\underline{\gamma}$ se forment au détriment de la structure α' . Cette invasion est totale dans l'échantillon recuit pendant 8 heures (figure 28 b) . Pour cette durée et pour une durée de 48 heures (figure 29), nous observons une décomposition perlitique plus grossière au voisinage des joints et des inclusions de carbures. Elle semble se développer aux dépens de la perlite plus fine, mais ne couvre pas toute la surface. En outre, la perlite fine dans la matrice tend à globuliser légèrement sur place.

- Analyse radiocristallographique

Les paramètres de la maille orthorhombique ont été mesurés d'après les raies $(021)_{\alpha}$ et $(041)_{\alpha}$. Le paramètre $\underline{b}$ relatif à la structure α' a pour valeur 5,831 Å ; il croît en fonction de la durée de recuit et la variation devient vraiment sensible après 12 minutes (figure 30) ; il atteint 5,865 Å après un recuit de 8 heures. Au-delà de cette durée, il reste constant.

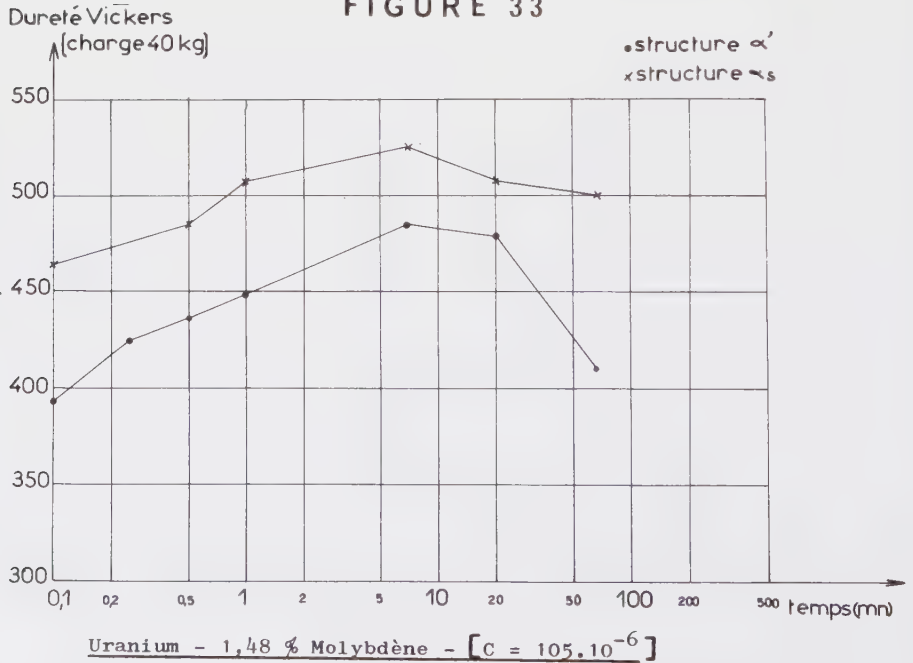
La phase $\underline{\gamma}$ est détectée par la présence de la raie $(110)_{\gamma}$. Elle est décelée après 36 secondes, mais il faut l'attribuer à la décomposition perlitique déjà existante plutôt qu'à la précipitation de particules $\underline{\gamma}$ dans la matrice α' . Elle devient très visible

FIGURE 32



Variations de la microdureté en fonction du temps de recuit à 550°C.

FIGURE 33



Variations de la dureté en fonction du temps de recuit à 450°C.

au bout de 2 et 12 minutes. Après 12 minutes, nous pouvons calculer la concentration en molybdène de la phase $\underline{\gamma}$ d'après la valeur du paramètre $a = 3,38 \text{ \AA}$, soit 13 % en poids (ou 27 at. %). Cette phase s'enrichit en molybdène jusqu'à 30 at. % et le dédoublement $(110)_{\gamma} - (103)_{\gamma'}$ apparaît nettement après 8 heures de recuit : le paramètre $\underline{a}$ de γ' est sensiblement égal à $3,37 \text{ \AA}$.

- Essais de dureté et de microdureté

La dureté Vickers de la phase α' est de l'ordre de 400 kg/mm^2 . Elle augmente jusqu'à 490 kg/mm^2 pendant les 36 premières secondes de recuit (figure 31), puis elle décroît très vite : elle a pour valeur 345 kg/mm^2 après 12 minutes ; elle diminue enfin plus lentement en fonction du temps ; elle atteint 320 kg/mm^2 au bout de 8 heures.

Afin de mieux séparer les différentes étapes du recuit, nous avons mesuré les microduretés à la fois à l'intérieur des aiguilles α' et autour des sites préférentiels (figure 32) : la dureté croît dans les aiguilles de 321 à 452 kg/mm^2 , puis décroît jusqu'à 402 kg/mm^2 pendant les 12 premières minutes. Cette diminution pourrait s'expliquer par la disparition progressive des macles et aussi par le grossissement des très fines particules $\underline{\gamma}$. La courbe inférieure correspond à la dureté, nettement plus faible, de la structure perlitique.

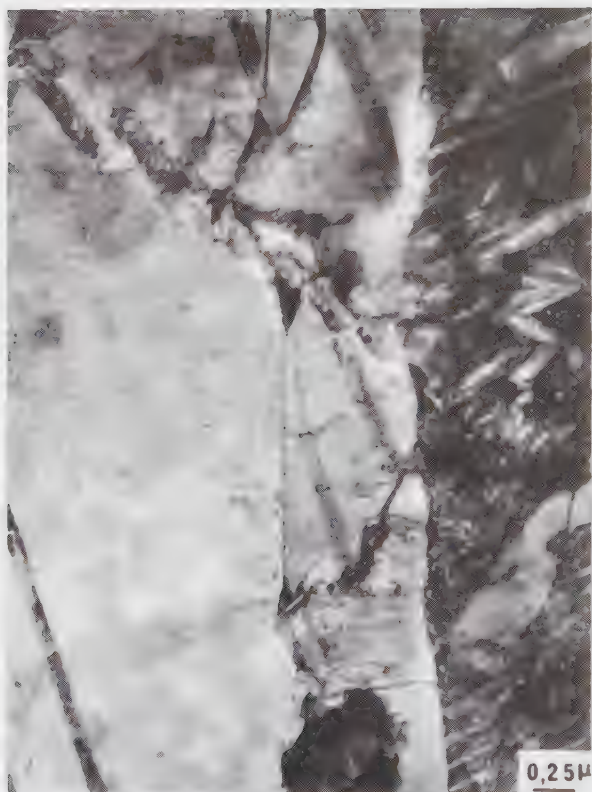
La dureté Vickers, déterminée globalement pour les différents recuits, représente donc la somme des duretés de chacune des structures présentes à un moment donné dans l'échantillon.

b - Recuit à 450°C

- Essais de dureté

Pour préciser davantage la montée de la dureté au début

FIGURE 34



Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure α' - Recuit à 450°C pendant 1 minute.

du recuit, nous avons effectué quelques expériences à 450°C (figure 33). Elle atteint sa valeur maximale (485 kg/mm²) vers 6 minutes, puis elle décroît comme précédemment (411 kg/mm² après 1 heure).

- Aspects micrographiques

Au microscope optique, nous notons déjà le très fin liseré de perlite le long des joints de grains après 1 minute. Les examens sur lames minces n'ont pas permis de détecter de précipitation lors du durcissement de la phase α' (figure 34) : la microstructure est semblable à celle de l'alliage brut de trempe.

3 - Résultats concernant la phase α_s du point de vue structural

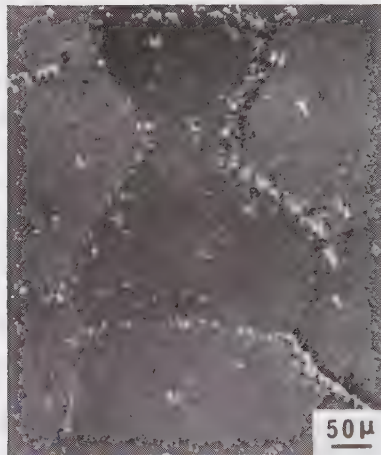
Les trempes à l'huile conduisent à des structures assez complexes : la périphérie des échantillons est souvent constituée par des aiguilles α' , l'intérieur par de fines plaquettes orientées α_s , visibles au microscope électronique et qu'il est parfois difficile de distinguer des aiguilles martensitiques les plus petites avec lesquelles elles peuvent coexister. Le contraste entre les phases α_s et β , dont les interfaces sont mal définies, est très faible. De plus, les joints de grains β et les inclusions de carbures sont marqués par une décomposition de type perlitique correspondant au début de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$. Cette structure se compose de lamelles alternées des phases α et β , croissant depuis les sites de germination dans la matrice hors d'équilibre par déplacement d'un front commun de transformation ; ces lamelles, larges de quelques centaines d'Angströms, sont parallèles et rectilignes (figures 35a, 35b et 35c).

a - Recuit à 550°C

- Aspects micrographiques

La microscopie optique ne montre pas d'évolution de la

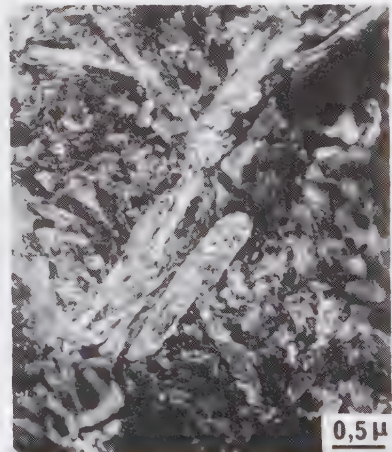
FIGURE 35



a



b



c

Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure α_s - Pas de recuit .

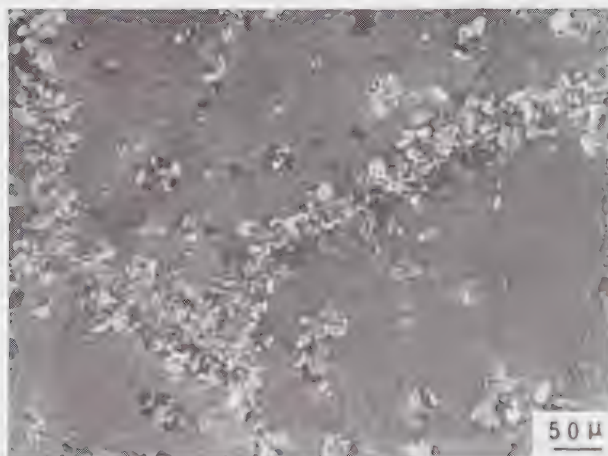
FIGURE 36



Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure α_s - Recuit à 550°C pendant 36 secondes.

FIGURE 37



a



b

Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure α_s - Recuit à 550°C pendant 2 minutes.

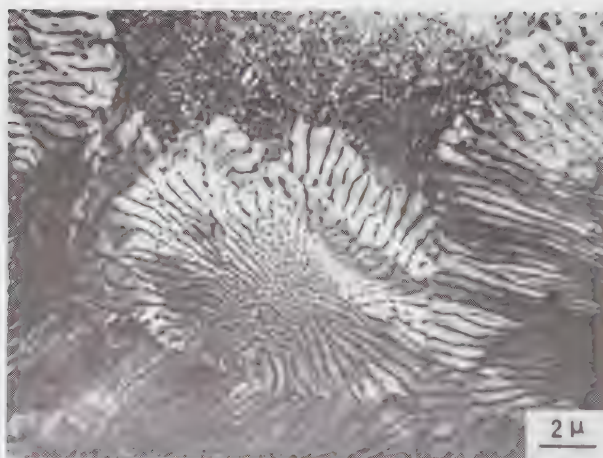
FIGURE 38



Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure α_s - Recuit à 550°C pendant 12 minutes.

FIGURE 39



a



b

Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure α_s - Recuit à 550°C pendant 8 heures.

structure de trempe après 36 secondes, si ce n'est une légère extension de la réaction au voisinage des sites de germination préférentiels (figure 36). Cet effet apparaît mieux après 2 minutes (figures 37a et 37b) et surtout après 12 minutes (figure 38). Il est très difficile, par contre, de déceler des fines particules de phase $\underline{\gamma}$ hors d'équilibre dans les plaquettes α_s (figure 37b).

Au bout de 8 heures et 48 heures, nous observons souvent des fronts de perlite divergente qui se sont développés vraisemblablement, à partir d'inclusions de carbures, aux dépens de la structure lamellaire et des plaquettes α_s (figure 39). La micrographie optique (figure 39b) révèle nettement, entre les petits grains $\underline{\alpha}$, les zones constituées par des plaquettes α_s qui ont grossi sur place.

- Analyse radiocristallographique

Le paramètre moyen $\underline{b}$ de la maille orthorhombique, relatif à la phase α_s que nous obtenons par trempe à l'huile, a été trouvé égal à $5,842 \text{ \AA}$; il peut être intermédiaire entre celui des phases $\underline{\alpha}$ d'équilibre ($5,865 \text{ \AA}$) et martensitique ($5,831 \text{ \AA}$), les autres paramètres restant identiques pour les trois structures. En particulier, le degré de sursaturation de la phase $\underline{\alpha}$ en molybdène peut décroître depuis la périphérie jusqu'au centre des échantillons ; de plus, la réaction aux joints de grains a son importance. C'est pourquoi nous introduisons la notion de paramètre moyen. La phase $\underline{\gamma}$, distordue ou trop finement dispersée, n'est pas décelée. Le paramètre $\underline{b}$ de la phase α_s croît avec la durée de recuit, comme celui de la martensite, de $5,842$ à $5,865 \text{ \AA}$ après 8 heures (figure 30). La raie $(110)_{\gamma}$ apparaît dès 36 secondes. C'est également après 8 heures que nous observons le dédoublement $(110)_{\gamma} - (103)_{\gamma'}$; le paramètre $\underline{a}$ de la phase γ' est de l'ordre de $3,37 \text{ \AA}$.

- Essais de dureté

La structure de trempe, formée en majeure partie de phase α_s , est caractérisée par une dureté plus élevée que la martensite, soit 490 kg/mm^2 ; toutefois, cette valeur peut être inférieure si le degré de sursaturation en molybdène est plus faible dans certaines zones.

La dureté augmente au cours du recuit. Elle atteint sa valeur maximale également en 36 secondes (500 kg/mm^2), puis elle décroît tout en restant supérieure à celle de la martensite : 397 kg/mm^2 après 12 minutes et les deux courbes se rejoignent au bout de 8 heures (figure 31).

Un essai de microdureté, effectué pour un recuit de 2 minutes, a donné les résultats suivants : 453 kg/mm^2 dans les plaquettes α_s et 326 kg/mm^2 dans la perlite. La courbe de dureté Vickers représente donc, comme dans le cas de la phase α' la somme des duretés des deux types de structures coexistant à ce moment-là.

b - Recuit à 450°C

- Essais de dureté

La courbe passe également par un maximum, soit 525 kg/mm^2 , obtenu après 6 minutes de recuit (figure 33). La dureté de la phase α_s évolue comme celle de la martensite α' , mais elle lui reste supérieure pendant au moins la première heure.

- Aspects micrographiques

En particulier, après un recuit de 1 heure, l'écartement des lamelles α et γ se propageant dans les échantillons trempés dans l'huile et dans l'eau est sensiblement le même.

La structure tressée que nous considérons a été obtenue par refroidissement de l'alliage depuis 800°C à une vitesse de l'ordre de 250°C/mn. Comme la structure précédente, elle correspond à la transformation généralisée de la matrice qui succède à la réaction perlitique. Elle se caractérise également par de fines plaquettes orientées suivant quelques directions privilégiées : elles sont mieux contrastées que dans la phase α_s ; en outre, les lamelles résultant de la décomposition au voisinage des joints de grains et des carbures sont plus larges et plus irrégulières (figure 40).

Les mesures de paramètres, par rayons X, montrent que la phase $\underline{\alpha}$ est proche de sa composition d'équilibre, la phase $\underline{\gamma}$ restant sous-saturée en molybdène.

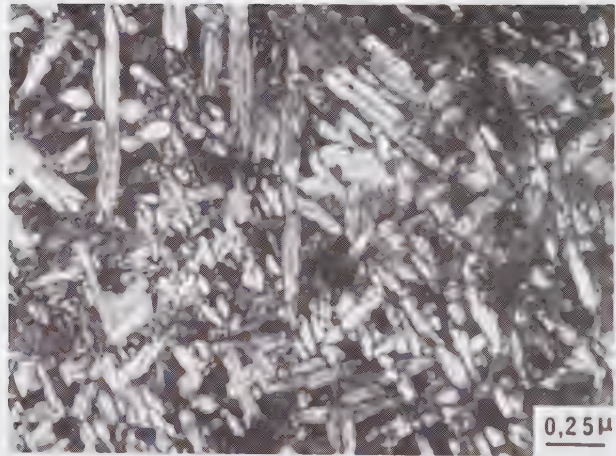
Les recuits de longue durée à 550°C produisent le grossissement des plaquettes $\underline{\alpha}$; le contraste entre phases s'améliore. De même, la perlite autour des sites préférentiels grossit aux dépens des plaquettes, sans les envahir totalement : elles restent, après 48 heures, la structure prédominante dans l'échantillon (figure 41) ; l'analyse radiocristallographique met en évidence les phases $\underline{\alpha}$ et γ' .

La dureté décroît assez régulièrement en fonction du temps, de 376 à 322 kg/mm² ; cette dernière valeur est atteinte après 48 heures. Nous n'observons pas de durcissement dans les premiers instants du recuit, comme pour les structures α' et α_s , certainement parce que la phase $\underline{\alpha}$ est proche de sa composition d'équilibre.

5 - Propriétés mécaniques des alliages U-1,5 % Mo refroidis rapidement depuis la phase γ' et recuits à la température de 550°C

Nous avons déterminé les caractéristiques mécaniques

FIGURE 40



a

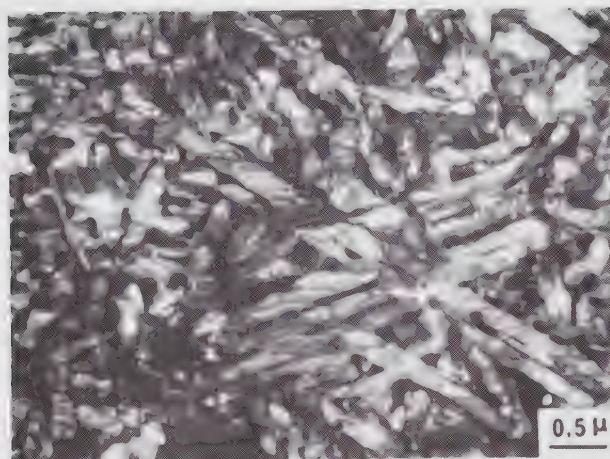


b

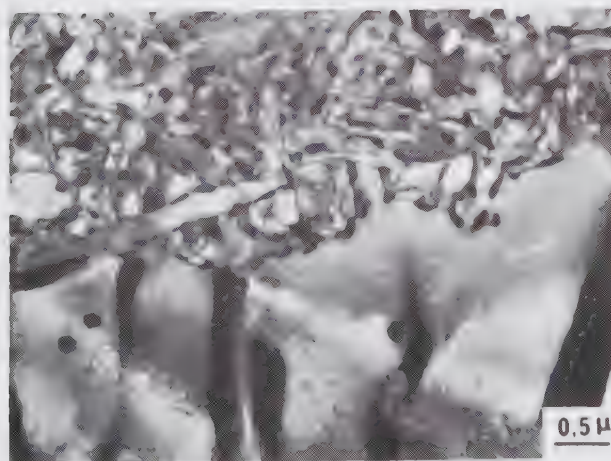
Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure tressée.

FIGURE 41



a



b

Uranium - 1,48 % Molybdène

Structure tressée - Recuit à 550°C pendant
48 heures.

en traction

- d'un alliage traité thermiquement à partir de la phase $\underline{\gamma}$:
maintien à 800°C pendant 1 heure - Trempe à l'eau, trempe à l'huile, refroidissement à une vitesse de l'ordre de 200-250°C/mn.-
Recuit à 550°C pendant 8 heures et 48 heures (tableau III)*.
- d'un alliage soudé par bombardement électronique (la pénétration est voisine de 15 mm) et recuit à 550°C (tableau IV)*.

a - Alliage traité thermiquement depuis la phase $\underline{\gamma}$

La dimension moyenne des grain $\underline{\gamma}$ est de l'ordre du millimètre.

La charge de rupture de la martensite est de 127 kg/mm², son allongement à la rupture très faible (2 %). Après 8 heures, lorsque l'équilibre paraît atteint, R = 109 kg/mm² et A = 12,7 %. Ces caractéristiques évoluent encore quelque peu après 48 heures : R = 102 kg/mm² et A = 14,8 %.

Pour la structure α_s , la charge de rupture très élevée au début (140 kg/mm²) décroît aussi progressivement jusqu'à 103 kg/mm². Nous n'avons pas réalisé d'essais de traction sur éprouvettes recuites pendant le temps très court conduisant à la dureté maximale. L'allongement, pratiquement nul, croît et finit par atteindre 11,6 % si la structure est totalement recristallisée ; mais il peut être plus faible (6,7 %) si des plaquettes α_s subsistent encore dans l'échantillon au bout de 48 heures. Cela se produit généralement dans les éprouvettes de traction dont la partie utile contient une proportion variable de structure tressée. Notons que l'allongement relatif à cette dernière est de l'ordre de 7 %.

* Tableaux correspondants à la fin du chapitre

Ainsi, après un recuit de 48 heures à 550°C, la ductilité optimale est obtenue lorsque la transformation perlitique est totale. Pour les trois types de structures considérés, la résistance à la rupture reste supérieure à 100 kg/mm².

b - Alliage soudé par bombardement électronique

La juxtaposition des structures présentes dans les éprouvettes et leur diversité rendent complexe l'interprétation des résultats.

Les caractéristiques mécaniques de l'alliage utilisé pour les soudures sont les suivantes : R = 85 kg/mm² et A $\neq$ 19 %. Ces valeurs ont été déterminées sur des échantillons maintenus pendant une heure à 800°C puis refroidis à la vitesse de 4°C/mn. Cet alliage renferme seulement 105.10⁻⁶ de carbone, alors que le précédent en titrait 200.10⁻⁶.

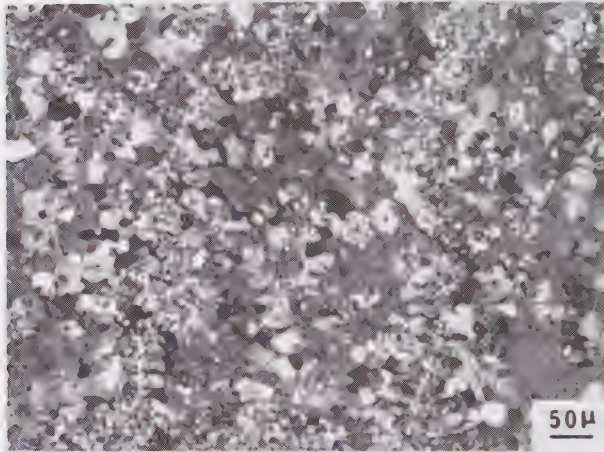
Les éprouvettes soudées ne se rompent généralement pas dans le cordon ; deux strictions se forment de part et d'autre de celui-ci, et finalement l'éprouvette casse à l'une d'elles sous une charge de 83,5 kg/mm², après s'être allongée de 13,3 %.

La rupture se produit suivant le même processus après des recuits effectués à 550°C ; les allongements respectifs mesurés sont de 17,2 pour une durée de recuit de 12 minutes et de 20,5 % pour une durée de 8 heures. Ce phénomène peut s'expliquer par la valeur de la résistance à la rupture plus élevée dans les zones "fondue" et "transformée" que dans la partie normale des éprouvettes.

La micrographie 42 met en évidence l'extension de la réaction perlitique à la région de la soudure qui s'est seulement transformée à l'état solide. Cette transformation est sans doute complète dans la région qui a fondu, dans laquelle les grains $\underline{p}$ sont nettement plus petits.

FIGURE 42

Uranium - 1,51 % Molybdène [$C = 105.10^{-6}$]



a

Zone "transformée" proche de la zone "fondue".



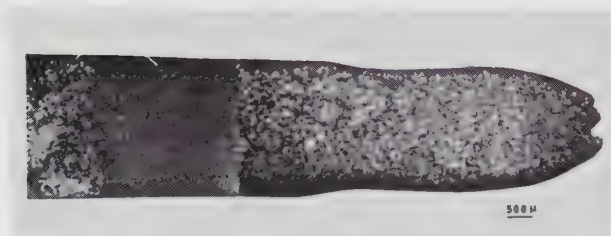
b

Fin de la zone "transformée"

Alliage soudé par bombardement électronique
Recuit 8 heures à 550°C.

FIGURE 43

Uranium - 1,51 % Molybdène [C = $105 \cdot 10^{-6}$]



Aspect micrographique d'une éprouvette de traction soudée par bombardement électronique et régénérée [1 heure à 800°C - $V_r = 4^\circ\text{C}/\text{mn}$].

FIGURE 44



Alliage soudé par bombardement électronique
Régénération : 1 heure à 800°C - $V_r = 4^\circ\text{C}/\text{mn}$.

De la même façon, une éprouvette soudée qui a subi un traitement de régénération (1 heure à 800°C, $V_r = 4^\circ\text{C}/\text{mn}$) casse dans sa partie normale (figure 43) : la charge de rupture est plus faible que dans le cordon régénéré, où la structure est plus fine (figure 44).

6 - Discussion générale

D'après ces résultats et observations, nous avons cherché à préciser les processus suivant lesquels les phases métastables des alliages U-1,5 % Mo reviennent à l'état d'équilibre ($\alpha + \gamma'$). Nous avons rapproché ces mécanismes de ceux que décrit G.H. May dans son étude sur le recuit d'un alliage à 5 at. % (2,1 % en poids) de molybdène trempé dans l'eau. La structure de trempe obtenue se présentait sous l'aspect de bandes parallèles, alors que dans l'alliage U-1,5 % Mo elle apparaît constituée d'aiguilles. Certaines de ces aiguilles atteignent plusieurs centaines de microns de longueur et sont fortement maclées.

May attribue la montée très rapide de la dureté dès le début du recuit à un durcissement structural dans la phase α' sursaturée : la maille orthorhombique est contractée d'une façon homogène suivant l'axe $\vec{b}$ par le molybdène retenu en solution. Celui-ci diffuserait très rapidement lors du recuit, créant des zones riches en molybdène dans le réseau ; ces domaines se caractériseraient par une distorsion locale de l'angle $\underline{\beta}$ et deviendraient monocliniques. L'interaction des zones riches et de la matrice appauvrie en molybdène produirait une déformation élastique et plastique croissante, et par conséquent un durcissement.

Nous nous en tiendrons à cette explication du durcissement, puisqu'après un recuit de 1 minute à 450°C, nous n'observons pas de précipitation, sous la forme de très fines particules, à l'intérieur des aiguilles α' . Il n'est pas dit toutefois que des examens encore plus approfondis au microscope électronique, ne nous auraient

pas permis de conclure à une précipitation, type "zones de Guinier-Preston" au début du recuit.

Lorsque la dureté atteint une certaine valeur critique, au bout de temps tout à fait comparables dans les alliages à 2,1 et 1,5 % de molybdène (environ 30 secondes à 550°C), la matrice recristalliserait sous la forme d'une phase α normale, non déformée ; l'excès de molybdène en solution serait rejeté vers les zones riches, qui ne seraient plus alors en cohérence avec la matrice ; elles se transformeraient en phase γ suivant un mécanisme de cisaillement.

Effectivement, dans l'échantillon recuit à 550°C pendant 36 secondes, c'est-à-dire aux environs du maximum de dureté, nous mettons en évidence à l'intérieur de certaines aiguilles une précipitation extrêmement fine de particules alignées, que nous assimilons à de la phase γ hors d'équilibre. En fonction du temps, les fines particules observées dans toutes les aiguilles, grossissent ; cette coalescence apparaît nettement après 12 minutes et parallèlement la microdureté diminue ; cette décroissance est sans doute liée aussi à la disparition progressive des macles.

La matrice α recristallisée produirait des contraintes sur les particules γ , qui se déformeraient plastiquement. Leur énergie interne augmenterait alors et elles auraient tendance à se redissoudre dans la matrice. Ces particules reprécipiteraient ensuite sous la forme d'une perlite plus grossière, se propageant à partir des sites de germination préférentiels. Nous observons très distinctement, en effet, cette réaction envahir les aiguilles α' dès 36 secondes de recuit ; elle progresse vite et semble totale après 8 heures ; c'est également après 8 heures que le paramètre b de la maille orthorhombique reprend sa valeur normale. La perlite grossit davantage au voisinage des joints de grains et des inclusions de carbures, où l'énergie interne continuerait encore à décroître : des lamelles γ de plus grande dimension se développent aux dépens des plus petites jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint, mais cette grosse perlite ne se propage pas dans tout l'échantillon après 48 heures.

Nous pensons que les mécanismes de retour à l'équilibre sont les mêmes pour la structure α_s . Nous notons, effectivement, un durcissement dans les premiers temps du recuit à 550 et 450°C, comparable à celui de la phase α' . La dureté diminue ensuite, devient égale à celle de la martensite après 8 heures à 550°C ; les cinétiques de recristallisation sont assez voisines. La transformation de type perlitique, qui débute au voisinage des sites de germination préférentiels pendant la trempe, se développe plus ou moins totalement lors du recuit aux dépens des plaquettes α_s qui peuvent grossir sur place. De même, de la perlite plus grossière peut se propager, à partir des inclusions de carbures, aux dépens des lamelles $\underline{\alpha}$ et $\underline{\gamma}$ et des plaquettes α_s tant que l'équilibre n'est pas atteint.

Dans la structure tressée, la réaction perlitique n'envahit pas totalement les plaquettes $\underline{\alpha}$ qui grossissent en majorité sur place.

En conclusion, lors du retour à l'état d'équilibre ($\alpha + \gamma'$) des phases métastables rencontrées dans les alliages U-1,5 % Mo, la recristallisation à 550°C sous la forme de perlite se produit d'autant plus totalement que la phase $\underline{\alpha}$ est sursaturée en molybdène. Elle dépend aussi de la dimension des grains $\underline{\gamma}$ et de la pureté de l'uranium de base ; le carbone constitue donc un élément important dans la transformation perlitique.

La ductilité optimale, de l'ordre de 12 %, est obtenue lorsque la réaction perlitique s'est propagée dans tout l'échantillon.

TABLEAU I

U-Mo-1,5 %		CARBONE : $140 \cdot 10^{-6}$	
Traitement thermique	Charge de rupture en kg/mm ²	Allongement à la rupture en %	Réduction de section en %
15 mn. à 800°C V Ref. 1°/mn	81,2	12,7	13,6
15 mn. à 800°C V Ref. 10°/mn	87,0	10,3	16,5
15 mn. à 800°C V Ref. 30°/mn	93,5	6,4	6,5
15 mn. à 800°C V Ref. 80°/mn	98,1	5,4	6,3
15 mn. à 800°C V Ref. 130°/mn	121,0	6,0	6,6
15 mn. à 800°C V Ref. 180°/mn	119,8	4,0	4,5
10 mn. à 800°C 3 mn. à 552°C trempe à l'huile	113,8	3,3	3,5
10 mn. à 800°C 1 h. à 552°C trempe à l'huile	118,9	4,0	4,5
10 mn. à 800°C 3 mn. à 452°C trempe à l'huile	111,5	2,7	3,0
10 mn. à 800°C trempe à l'eau (sous ampoule)	114,8	3,0	3,0
10 mn. à 800°C trempe à l'huile	120,9	1,3	1,6
10 mn. à 800°C trempe à l'eau	109,6	2,0	2,5

TABLEAU II

U-Mo-0,5 ‰		CARBONE : $172 \cdot 10^{-6}$	
Traitement thermique	Charge de rupture en kg/mm ²	Allongement à la rupture en %	Réduction de section en %
15 mn. à 800°C V ref. 1°/mn.	80,1	10,0	9,0
15 mn. à 800°C V ref. 10°/mn.	97,9	13,7	13,5
15 mn. à 800°C V ref. 30°/mn.	102,2	14,0	14,0
15 mn. à 800°C ref. 80°/mn.	93,3	14,0	14,0
15 mn. à 800°C ref. 140°/mn.	92,4	14,0	15,0
15 mn. à 800°C V ref. 180°/mn.	106,1	13,0	14,7
10 mn. à 800°C 15 mn. à 510°C trempe à l'huile	95,5	6,0	6,0
10 mn. à 800°C 3 mn. à 340°C trempe à l'huile	84,7	6,9	7,0
10 mn. à 800°C trempe à l'eau (sous ampoule)	83,0 85,7	8,3 8,0	8,5 7,5
10 mn. à 800°C trempe à l'huile	85,0	8,2	8,3
10 mn. à 800°C trempe à l'eau	75,0	4,0	4,2

TABLEAU III

URANIUM-1,55 % MOLYBDENE		(200.10 ⁻⁶ CARBONE)	
TRAITEMENTS THERMIQUES	Caractéristiques mécaniques		
	Charge de rupture en kg/mm2	Allongement à la rupture en %	
1h. à 800°C - Vitesse de refroidis- sement : 250°C/mn.-sans recuit	124,4	3,0	
8 h. à 550°C	119,5	4,2	
48 h. à 550°C	106,4	6,9	
1h. à 800°C - Vitesse de refroidis- sement : 5000°C/mn.-sans recuit	139,8	1,3	
8h. à 550°C	114,1	5,9	
48h. à 550°C	{ 103,0 102,9	{ 6,7 11,6	
1h. à 800°C - Vitesse de refroidis- sement : > à 5000°C/mn.-sans recuit	127,2	2,0	
8h. à 550°C	109,2	12,7	
48h. à 550°C	102,2	14,8	

TABLEAU IV

URANIUM-1,51% MOLYBDENE (105.10 ⁻⁶ CARBONE)			
TRAITEMENTS THERMIQUES	Caractéristiques mécaniques		
	Charge de rupture en kg/mm ²	Allongement à la rupture en %	Coefficient de striction en %
Brut de soudage	83,5	13,3	51,0
Recuit à 550°C pendant 12 mn.	84,9	17,2	45,0
Recuit à 550°C pendant 8 heures	92,8	20,5	45,6
Régénération 1 heure à 800°C V refr : 4°C/mn.	83,6	17,0	47,4

Propriétés mécaniques d'un alliage U-Mo soudé
par bombardement électronique.

CHAPITRE III

ETUDE CINETIQUE DES TRANSFORMATIONS A PARTIR

DU DOMAINE $\beta + \gamma$

Les refroidissements rapides, effectués depuis le domaine γ sur les alliages uranium-molybdène à 1,1 % de molybdène et uranium-niobium à 1 et 2 % de niobium, produisent la transformation directe $\gamma \rightarrow \alpha$ de l'uranium sans passage intermédiaire par la phase β . Il est possible toutefois, dans des conditions de trempe bien déterminées, de conserver cette phase à la température ambiante.

Nous avons étudié, entre 23 et 600°C, la décomposition de la phase β retenue dans les deux types d'alliages et comparé ainsi l'influence du niobium à celle du molybdène sur les cinétiques de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ de l'uranium.

A - CAS DES ALLIAGES URANIUM-NIOBIUM

I - Conservation de la phase β

La phase β peut être retenue à la température ambiante

par trempe des alliages uranium-niobium à 1 et 2 % en poids de Nb depuis le domaine $\beta + \gamma_1$. Ce but n'est atteint que dans des conditions bien définies. D'une part un long maintien préalable, de l'ordre de 12 heures, en phase β est nécessaire, d'autre part la vitesse de trempe doit être suffisamment élevée. L'eau ne se révèle pas un liquide de trempe assez efficace. Nous avons utilisé une solution diluée de chlorure de potassium (10 %). Nous avons déterminé la valeur de la vitesse critique de trempe qui est de 700°C/s. à 660°C.

Nos deux alliages se caractérisent par la différence de stabilité de la phase β . L'alliage à 1 % de niobium est le plus stable. L'alliage à 5 at. % semble s'être décomposé partiellement pendant la trempe, bien qu'il ait été traité de façon identique. Les clichés de rayons X confirment ce point : l'intensité des raies de la phase β est déjà très réduite après un revenu d'une demi-heure à la température ambiante, tandis que les raies α apparaissent très développées. De plus, nous avons effectué un revenu à 127°C sur chacun de ces alliages : la durée de la transformation pour l'alliage à 2 % de niobium est la même que pour l'alliage à 1 % ; mais l'ampleur de la contraction relative est environ deux fois et demie plus faible.

II - Tracé des courbes TTT par trempe et revenu

Nous nous limiterons donc à l'étude de l'alliage à 1 % de niobium. La phase β est stabilisée par trempe dans les conditions précisées ci-dessus et la transformation de cette phase en phase α est suivie par dilatométrie isotherme. Les différents revenus sont réalisés à des températures comprises entre 23°C et 155°C.

Nous prenons comme origine des temps, l'instant où l'équilibre thermique est atteint, ce qui nécessite deux ou trois

secondes (figure 45). La longueur de l'échantillon reste constante depuis le temps $t = 0$ jusqu'au temps $t = t_d$, début de la transformation. Il apparaît ensuite une contraction liée à la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ depuis l'instant t_d jusqu'au temps t_f , à partir duquel la longueur de l'échantillon ne varie plus.

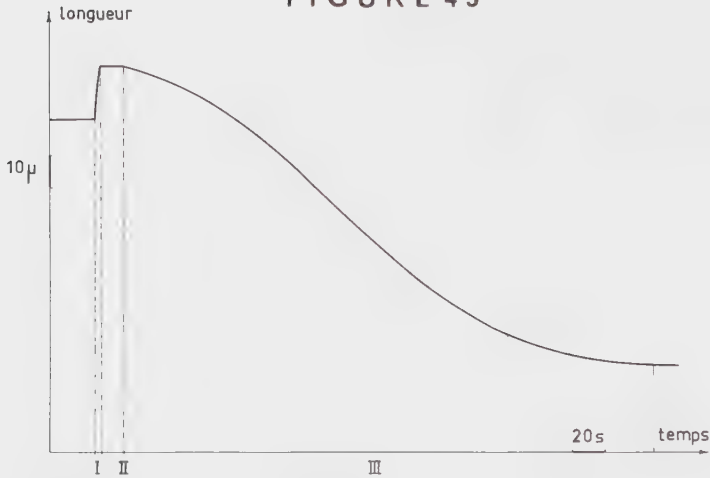
Pour le tracé des courbes TTT, nous nous sommes contenté d'utiliser les points t_d de début et t_f de fin de transformation :

Température de revenu en °C	Temps pour le début de la transformation (sec.)	Temps pour la fin de la transforma- tion (sec.)
50	130	2.700
82	14	344
98	7	147
127	1,5	39
155	10,5	20,5

Lors du revenu à la température ambiante, nous constatons que la contraction se poursuit pendant 5 heures $\frac{1}{2}$ environ. Son amplitude est de 150 microns (d'une façon générale elle est d'autant plus grande que la température de revenu est plus basse ; à 155°C, elle atteint seulement 50 microns. Il est difficile de déceler le début de la transformation à cause de sa lenteur. Cependant, la contraction semble amorcée au bout d'une demi-heure. L'allure générale de la courbe est tout à fait analogue à celle des courbes obtenues à des températures plus élevées.

Nous remarquons que la méthode de trempé et revenu ne permet d'atteindre que la partie inférieure des courbes TTT (figure 46). Notre étude a été limitée à 155°C. Au-delà de cette température, la décomposition de la phase β est tellement rapide qu'elle se produit pendant la mise en température.

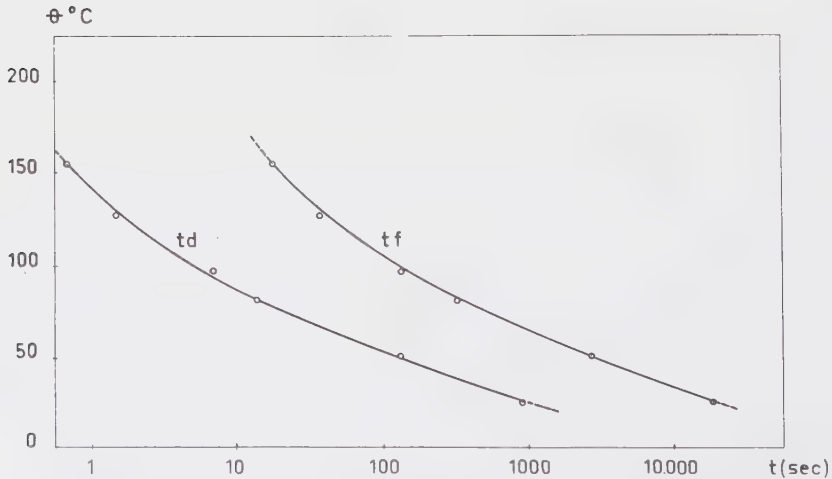
FIGURE 45



Enregistrement dilatométrique complet obtenu au cours du revenu d'un alliage uranium-niobium à 1 % de niobium trempé depuis le domaine $\beta + \gamma_1$

- 1 - mise en température (durée : 2 secondes)
- 2 - période d'incubation
- 3 - transformation $\beta \longrightarrow \alpha$.

FIGURE 46



Courbes TTT obtenues par trempe et revenu sur l'alliage uranium-niobium à 1 % de niobium

- en abscisses : logarithme du temps
- en ordonnées : température.

III - Etude de la cinétique de la transformation

Appelons δl la contraction de l'échantillon au temps t de maintien isotherme (δl nul pour $t \leq t_d$) et soit Δl la contraction maximale du même échantillon lorsque la transformation est terminée.

Le taux d'avancement est caractérisé par le rapport $\frac{\delta l}{\Delta l}$ que nous désignons par x : c'est le taux de la phase $\underline{\alpha}$ formée au temps t .

$(1 - x)$ caractérise le taux de la phase $\underline{\beta}$ non transformée au même instant.

Nous avons porté sur un graphique les variations de $(1 - x)$ en fonction du logarithme du temps. Les courbes de la figure 47 sont les transformées semi-logarithmiques (abscisses) des courbes dilatométriques expérimentales.

La figure 48 indique les variations de la vitesse apparente de réaction x' à 82°C en fonction du temps. Les courbes de vitesse relatives aux diverses températures de revenu présentent le même aspect : x' croît jusqu'à une valeur maximale qui correspond à un degré d'avancement de 50 % environ, puis décroît.

Mishima, Hasiguti et Kimura (36) définissent la vitesse apparente de transformation par l'expression suivante :

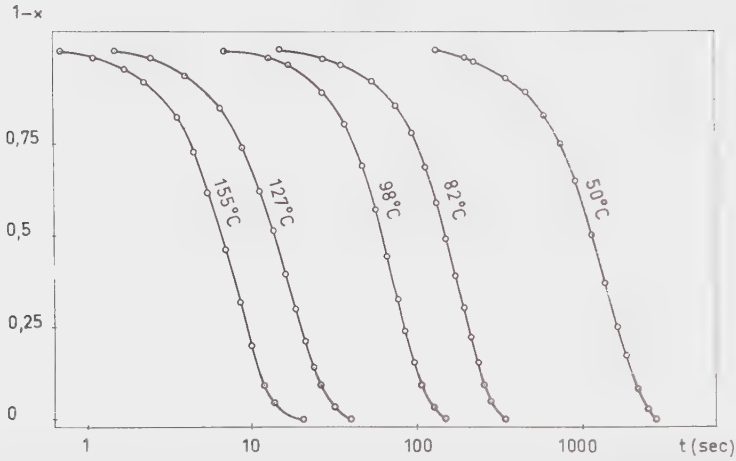
$$\frac{dx}{dt} = K_1 \times \frac{p-1}{p} (1-x)^{\frac{p+1}{p}}$$

L'intégration de cette dernière conduit à l'équation utilisée par Austin et Rickett (37) :

$$x = K_2 (1-x)t^p \quad \text{avec la relation} \quad K_2 = \left(\frac{K_1}{p}\right)^p.$$

Toutefois plusieurs auteurs (38) (39) ont préféré écrire la vitesse vraie de transformation :

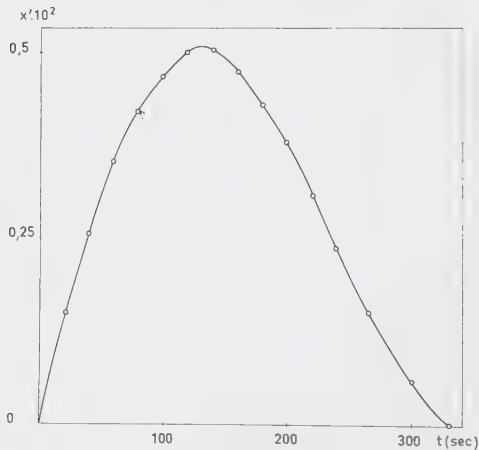
FIGURE 47



Transformées semi-logarithmiques des courbes dilatométriques
obtenues pour la décomposition de la phase β au cours du
revenu d'un alliage uranium-niobium à 1 % de niobium trempé
depuis le domaine $\beta + \gamma_1$

- en abscisses : logarithme du temps
- en ordonnées : $1-x$, x désignant le taux d'avancement de
la transformation $\beta \rightarrow \alpha$.

FIGURE 48



Courbe donnant les variations de la vitesse apparente de
transformation x' en fonction du temps, au cours du revenu
d'un alliage uranium-niobium à 1 % de niobium effectué à
la température de 82°C.

$$\frac{1}{1-x} \cdot \frac{dx}{dt} = K_3 t^m$$

l'expression $\frac{1}{1-x} \cdot \frac{dx}{dt}$ tenant compte de la disparition progressive de la phase en transformation.

L'intégration de cette formule donne :

$$-\text{Log}(1-x) = \frac{K_3}{m+1} t^{m+1}$$

d'où

$$1-x = \exp. (-kt)^n \quad (A)$$

avec $n = m + 1$ et

$$k = \left(\frac{K_3}{m+1} \right)^{\frac{1}{m+1}}.$$

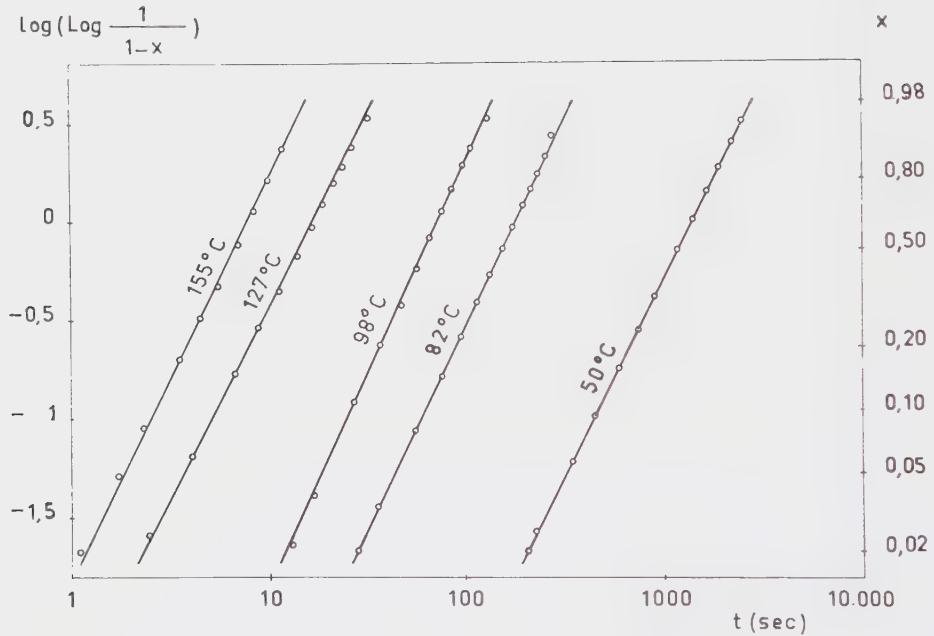
Lors de l'étude sur la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ dans les alliages uranium-chrome, White (40) puis Degois (29) ont obtenu des résultats satisfaisants à l'aide de cette représentation. De même Radcliffe et Rollason (41) l'ont utilisée dans leur travail sur la transformation de l'austénite en bainite dans les alliages fer-carbone.

Nous avons également employé l'équation (A) en l'écrivant sous la forme :

$$\log\left(\text{Log} \frac{1}{1-x}\right) = n \log t + n \log k.$$

Les courbes de la figure 49 représentent les variations de $\log\left(\text{Log} \frac{1}{1-x}\right)$ en fonction du logarithme du temps. Nous voyons que pour les valeurs de x comprises entre 0,02 et 0,98 nous obtenons des droites de pentes très voisines. Voici les valeurs de ces pentes :

FIGURE 49



Transformées logarithmiques des courbes dilatométriques obtenues pour la décomposition de la phase β au cours du revenu d'un alliage uranium-niobium à 1 % de niobium trempé depuis le domaine $\beta + \gamma_1$

- en abscisses : logarithme du temps
- en ordonnées : logarithme décimal du logarithme népérien de $\frac{1}{1-x}$.

Température du revenu en °C	Coefficient n
50	2,0
82	2,1
98	2,15
127	1,9
155	2,0

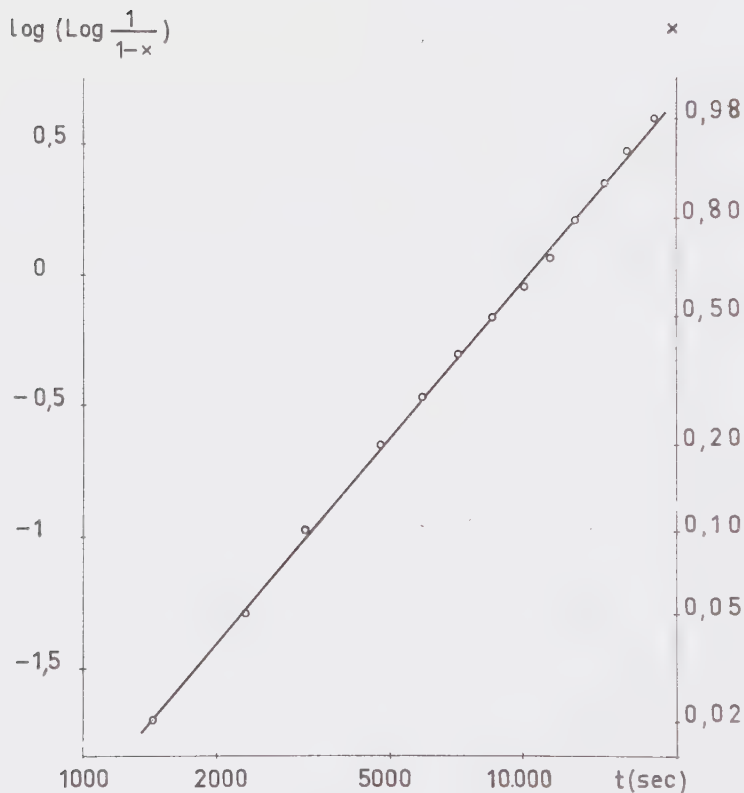
La courbe de la figure 50 montre que dans le cas du revenu à la température ambiante, le coefficient n est égal à 2. Par conséquent, le facteur n ne dépend pas de la température du revenu. Il est caractéristique de l'alliage étudié.

En déterminant les valeurs de k, nous remarquons que ce coefficient croît avec la température :

Température de revenu en °C	Coefficient k
50	$7,1 \cdot 10^{-4}$
82	$5,6 \cdot 10^{-3}$
98	$1,4 \cdot 10^{-2}$
127	$5,9 \cdot 10^{-2}$
155	$1,3 \cdot 10^{-1}$

Nous avons essayé de porter sur un graphique le logarithme népérien de k, $\text{Log} k$, en fonction de $\frac{1}{T}$, T température absolue du revenu exprimée en °K. La figure 51 indique que les points obtenus s'alignent de façon très satisfaisante (à l'exception, peut être, de celui qui correspond à 155°C), ce qui nous conduit à écrire la loi suivante :

FIGURE 50



Transformée logarithmique de la courbe dilatométrique obtenue pour la décomposition de la phase β au cours du revenu, à la température ambiante, d'un alliage uranium-niobium à 1 % de niobium

- en abscisses : logarithme du temps
- en ordonnées : logarithme décimal du logarithme népérien de $\frac{1}{1-x}$.

$$\text{Log } k = - \frac{a}{T} + b \text{ ou } k = \exp. - \frac{a}{T} + b \quad (B)$$

a et b étant des constantes positives.

Pour déterminer a, il suffit de mesurer la pente de la droite qui représente l'équation (B) :

$$a = - \frac{d}{d} \left(\frac{\text{Log } k}{1/T} \right).$$

On trouve a = 7335 et b = 15,5.

$$\text{L'équation } k = \exp. - \frac{a}{T} + b$$

est très voisine de la formule d'Arrhénius. Elle nous mènera au calcul de l'énergie d'activation.

IV - Méthodes de calcul de l'énergie d'activation

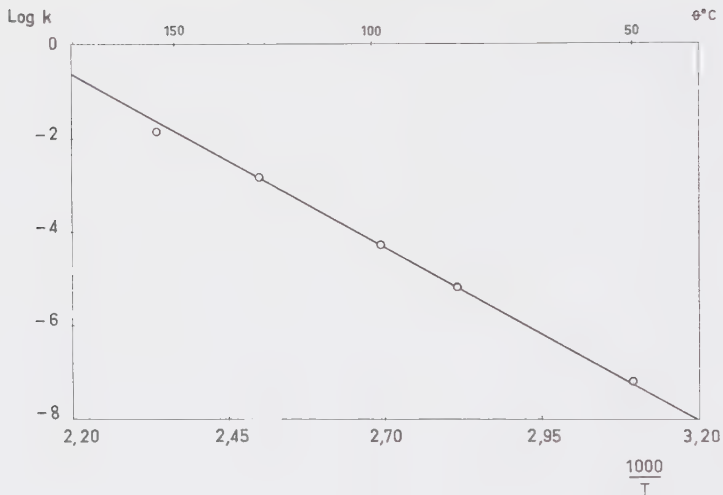
1 - Considérations générales

Au cours d'une transformation allotropique, il y a formation de germes puis croissance de ces germes. La figure 52 représente la variation de l'énergie libre F, due à la formation d'un germe, en fonction des dimensions a de ce germe. Nous observons l'existence d'un seuil d'énergie libre A_0 qui peut représenter le travail de formation d'un germe susceptible de se développer ou énergie d'activation de germination.

Dans leur étude sur les changements de phase, Volmer-Weber (42) et Becker-Doring (43) donnent la relation suivante entre la vitesse initiale de transformation I et l'énergie d'activation A :

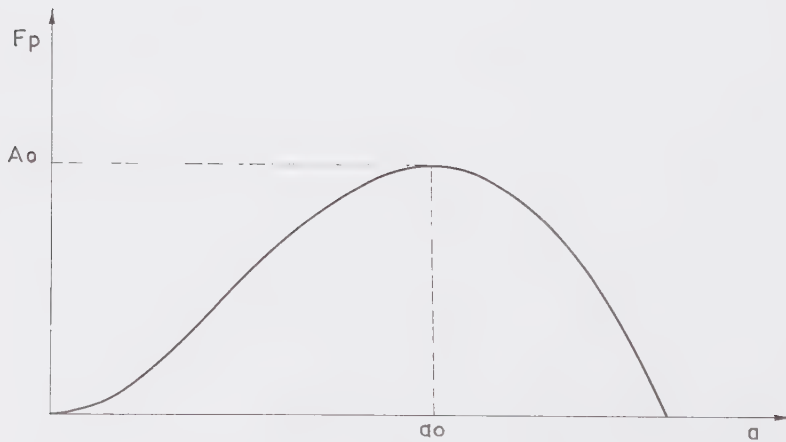
$$I = K_0 \exp. - \frac{A}{RT}$$

FIGURE 51



Relation entre le coefficient k et la température du revenu pour un alliage uranium-niobium à 1 % de niobium.

FIGURE 52



Courbe théorique donnant la variation d'énergie libre F_p due à la formation d'un germe en fonction de sa dimension a .

R : constante des gaz parfaits, égale à 1,987 cal/°C/mole

K₀ : constante homogène à l'inverse d'un temps

A : énergie de formation des germes.

Lorsque les germes ont atteint ou dépassé la taille a_0 , ils croissent rapidement avec diminution d'énergie libre. Il faut faire alors intervenir, dans l'énergie d'activation du phénomène, un second terme Q relatif à la croissance. La formule devient :

$$I' = K \exp. - \frac{Q + A}{RT} \quad (C)$$

I' étant la vitesse de transformation.

2 - Calcul de l'énergie d'activation

Lorsque la température varie, Q reste constant. Au contraire A, infini à la température d'équilibre entre les deux phases, décroît rapidement et devient négligeable aux basses températures. L'équation (C) peut donc s'écrire sous la forme :

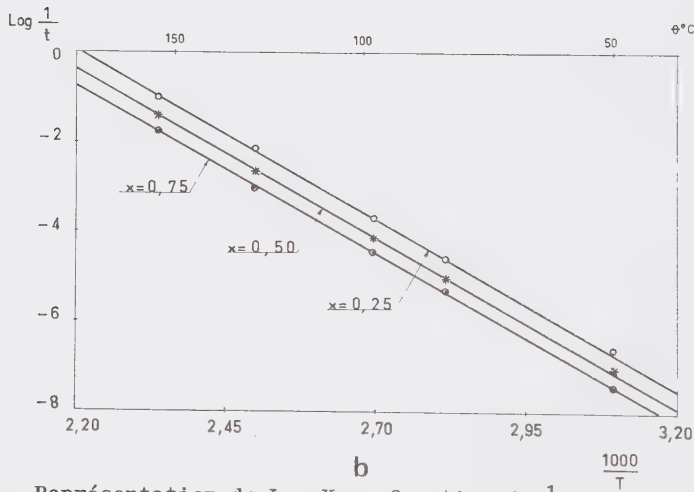
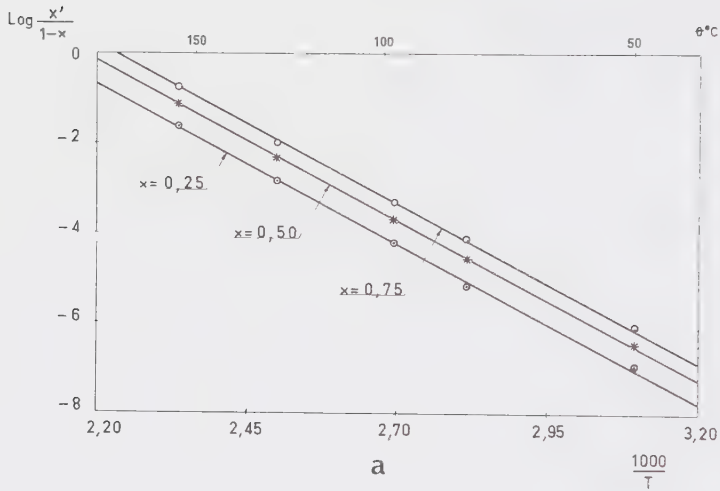
$$\text{Log } I' = - \frac{Q}{RT} + \text{Log } K \quad (C')$$

La courbe représentant Log I' en fonction de 1/T doit être une droite de pente $-\frac{Q}{R}$. Comme l'évaluation de la vitesse initiale de transformation n'est pas facile, nous sommes amené à utiliser les trois méthodes suivantes :

a) Nous avons déjà porté Log k en fonction de $\frac{1}{T}$ (figure 51). Nous avons obtenu ainsi une droite dont la pente est égale à $-\frac{Q}{R}$:

b) A partir de $\text{Log} \frac{x'}{1-x}$ (figure 53 a) : $\frac{x'}{1-x}$ désigne la vitesse réelle de transformation, c'est-à-dire la vitesse apparente $x' = \frac{dx}{dt}$ rapportée

FIGURE 53



Représentation de $\text{Log } Y$ en fonction de $\frac{1}{T}$,

T : Température du revenu en $^\circ\text{K}$, pour un alliage uranium-niobium à 1 % de niobium ;

Y : calculé pour $x = 0,25-0,50-0,75$, est égal à :

$$a : \frac{x'}{1-x}$$

$$b : \frac{1}{t} .$$

aux taux de phase $\underline{\beta}$ restant à transformer. Nous avons choisi trois valeurs de x : 0,25 - 0,50 et 0,75. En portant $\text{Log} \frac{x'}{1-x}$ en fonction de $\frac{1}{T}$, nous observons un faisceau de trois droites parallèles de pente $-\frac{Q}{R}$.

- c) A partir de $\text{Log} \frac{1}{t}$ (figure 53b), nous avons représenté $\text{Log} \frac{1}{t}$ en fonction de $\frac{1}{T}$, t désignant les temps au bout desquels 25 %, 50 % et 75 % de la transformation sont effectués. Ce procédé fournit également trois droites parallèles de pente $-\frac{Q}{R}$.

Il est aisé de constater que les trois paramètres ont les mêmes dimensions que I (inverse d'un temps). Nous allons montrer leur équivalence à une constante près. La dérivation de la formule (A) donne :

$$\frac{dx}{dt} = x' = n k^n t^{n-1} \exp. - (kt)^n$$

sachant que $\underline{k}$ varie avec la température mais que $\underline{n}$ n'en dépend pas.

De cette même équation, on tire :

$$\text{Log} \frac{1}{1-x} = k^n t^n$$

soit

$$t^{n-1} = \frac{\left(\text{Log} \frac{1}{1-x}\right)^{\frac{n-1}{n}}}{k^{n-1}}$$

d'où

$$x' = nk \exp. - (kt)^n \left(\text{Log} \frac{1}{1-x}\right)^{\frac{n-1}{n}}$$

et

$$\frac{x'}{1-x} = kn \left(\log \frac{1}{1-x}\right)^{\frac{n-1}{n}}.$$

Nous avons également :

$$t^n = \frac{\text{Log } \frac{1}{1-x}}{k^n}$$

soit

$$\frac{1}{t} = \frac{k}{\left(\text{Log } \frac{1}{1-x}\right)^{1/n}}.$$

Ainsi, nous pouvons exprimer $\frac{x'}{1-x}$ et $\frac{1}{t}$ en fonction de k . Pour un alliage donné n est constant ; pour chaque taux d'avancement nous avons :

$$\frac{x'}{1-x} = k K, \quad \frac{1}{t} = k K'$$

K et K' étant des constantes.

Le tracé de $\text{Log } k$, $\text{Log } \frac{1}{1-x}$ et $\text{Log } \frac{1}{t}$ en fonction de $\frac{1}{T}$ doit conduire aux mêmes valeurs de l'énergie d'activation. Les résultats expérimentaux vérifient bien ces calculs :

Paramètre	$\frac{Q}{R}$	Q (cal./mole)	Valeur moyenne de Q
Log k	7.335	14.670	14.600 cal. mole
Log $\frac{x'}{1-x}$	7.150	14.300	
Log $\frac{1}{t}$	7.425	14.850	

Cette valeur moyenne a été retrouvée récemment par Bar-Or (44) qui a repris l'étude de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ dans les alliages uranium-chrome : l'auteur a mesuré, par une méthode micrographique, la vitesse de croissance des plaquettes α provenant de la décomposition directe $U_\beta \rightarrow U_\alpha$ à basse température et a montré que cette transformation de type martensitique progresse dans la matrice β suivant un mécanisme de migration interfaciale.

Il nous serait impossible de suivre micrographiquement le développement de la phase $\underline{\alpha}$ dans les alliages U-Nb en raison de la complexité de leur structure (il faut tenir compte également de la réaction $\nu \rightarrow \alpha + \nu$). Néanmoins, nous pensons que la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ de basse température étudiée dans l'alliage à 1 % de niobium se fait selon un processus analogue à celui des uranium-chrome.

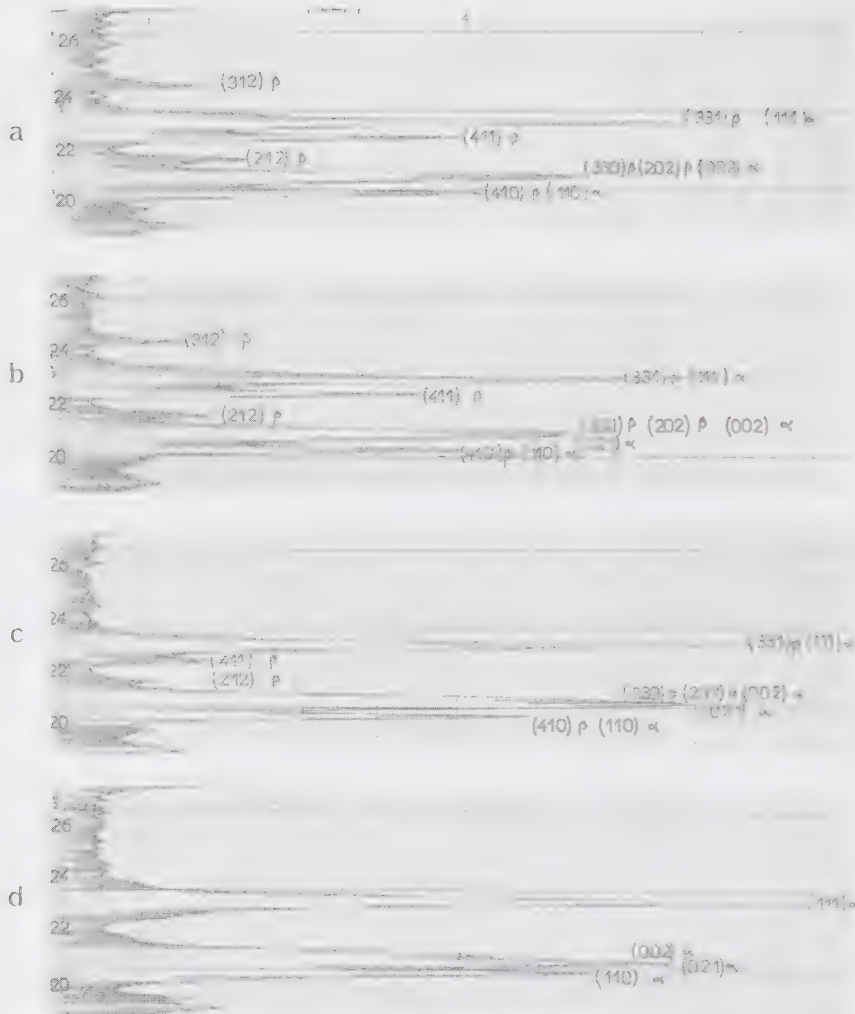
V - Mise en évidence de la transformation par radiocristallographie

Nous avons complété cette étude cinétique par quelques déterminations radiocristallographiques qui nous ont permis d'identifier les phases présentes dans ces alliages après trempe et de suivre leur évolution à la température ambiante.

Nos clichés de Debye-Scherrer ont été effectués par réflexion sur des surfaces décapées électrolytiquement afin d'éliminer la couche d'oxyde et nous avons utilisé le goniomètre de Berthold à compteur de Geiger plutôt que la chambre photographique de Guinier-Seeman-Bohlin qui nécessite des temps de pose de l'ordre de 20 heures, beaucoup plus longs que la durée de la transformation. La plus grande difficulté résulte de l'extrême complexité du cliché de Debye-Scherrer de la phase $\underline{\beta}$ dont la maille quadratique renferme 30 atomes d'uranium.

Nos observations ont porté essentiellement sur les raies $(212)_{\beta}$, $(411)_{\beta}$ et $(312)_{\beta}$ qui ne chevauchent avec aucune raie de phase $\underline{\alpha}$ et sur la raie $(112)_{\alpha}$ qui est également dégagée de toute raie $\underline{\beta}$. Cependant, l'étude qualitative du comportement des raies $(410)_{\beta}$, $(330)_{\beta}$ et $(202)_{\beta}$, $(331)_{\beta}$ qui coïncident respectivement avec les raies $(110)_{\alpha}$, $(002)_{\alpha}$, $(111)_{\alpha}$ a parfaitement confirmé nos conclusions.

FIGURE 54



Enregistrements au goniomètre de Berthold à compteur de Geiger effectués sur un alliage U-Nb à 1 % de Nb.

- a) - Echantillon trempé dans une solution diluée de chlorure de potassium et revenu 30 mn à la température ambiante : phase α + phase β.
- b) - Même échantillon revenu 1 h 40 mn à la température ambiante : phase α + phase β.
- c) - Même échantillon revenu 4 h 30 mn à la température ambiante : phase α + phase β.
- d) - Même échantillon revenu 6 h 15 mn à la température ambiante : phase α.

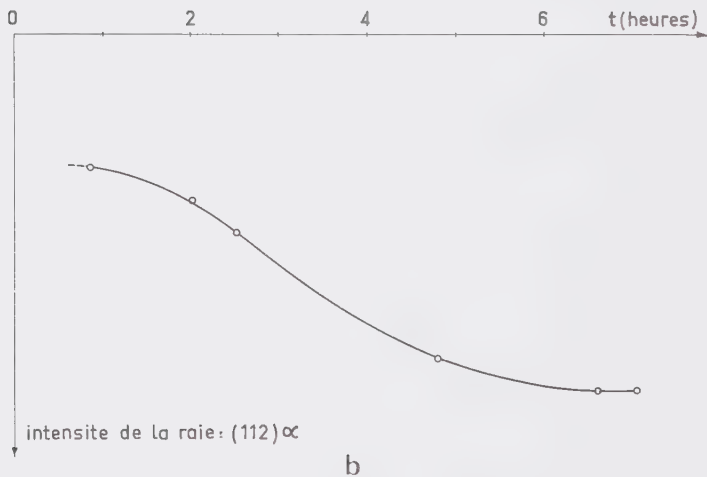
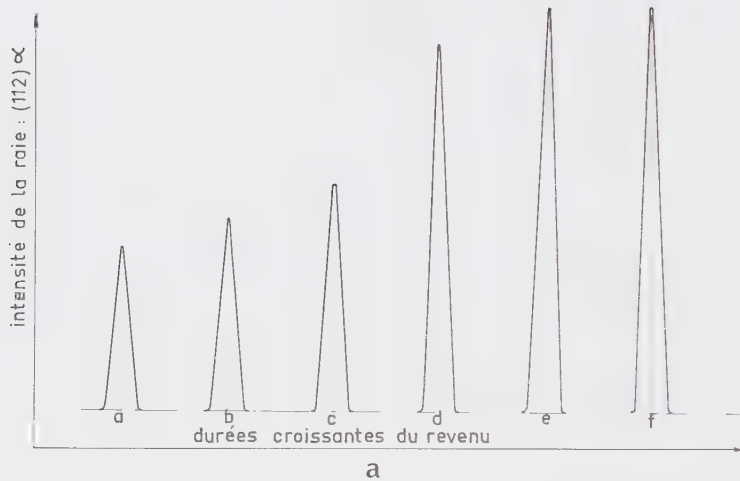
Le premier cliché a été effectué une demi-heure après trempe et les suivants 1h. 40 minutes, 2h. 10 minutes, 4h. $\frac{1}{2}$, 6h. 15 mn. et 7 heures après trempe (figure 54). La courbe de la figure 55b représente les variations de l'intensité de la raie $(112)_\alpha$ en fonction du temps. On voit que son allure est semblable à celle des courbes dilatométriques. De plus, cette intensité ne varie plus après 6h. $\frac{1}{2}$ de séjour à la température ordinaire. La transformation est alors complète, ce qui est en accord avec les résultats de l'étude dilatométrique du revenu isotherme à la température ambiante. On observe également sur cette courbe que l'intensité de la raie $(112)_\alpha$ est loin d'être nulle au temps zéro du revenu. L'alliage trempé contenait donc déjà une quantité assez importante de phase α . Une partie seulement de cette phase α provient de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ de la phase β retenue comme le montrent les résultats de l'étude dilatométrique et la comparaison avec le cas des alliages uranium-molybdène (voir paragraphe B). L'autre partie provient de la décomposition de la phase γ_1 dans le domaine du mélange $(\alpha + \gamma_1)$ (figure 3) suivant le schéma : $\gamma_{1\text{pauvre}} \rightarrow \gamma_{1\text{riche}} + \alpha$. Cette réaction est relativement importante parce que l'arc de courbe TE (figure 3) est très peu incliné sur l'horizontale et qu'un faible abaissement de température peut provoquer une importante variation de composition.

L'étude aux rayons X indique, en outre, que la phase β retenue dans l'alliage à 2 % de niobium est moins stable à la température ambiante que celle de l'alliage à 1 %. Dans le premier cas les raies caractéristiques de cette phase disparaissent au bout de 3 heures au lieu de 6h. $\frac{1}{2}$ dans le cas de l'alliage à 1% de niobium.

B - CAS D'UN ALLIAGE URANIUM-MOLYBDENE A 1,1 % DE MOLYBDENE

Afin de comparer l'influence du niobium à celle du molybdène sur les cinétiques de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ de l'uranium, nous avons considéré un alliage U-Mo de teneur en molybdène très voisine, soit 1,1 %.

FIGURE 55



- a) Evolution de l'intensité de la raie (112) de la phase α au cours du revenu à la température ambiante d'un alliage uranium-niobium à 1 % de niobium.
- a - Courbes expérimentales enregistrées au goniomètre de Berthold. Les durées de revenu successives sont : 50 mn - 2 h 30 mn - 4 h 50 mn - 7 h.
- b - Courbe calculée d'après le graphique précédent, donnant l'intensité de la raie (112) α en fonction de la durée du revenu.

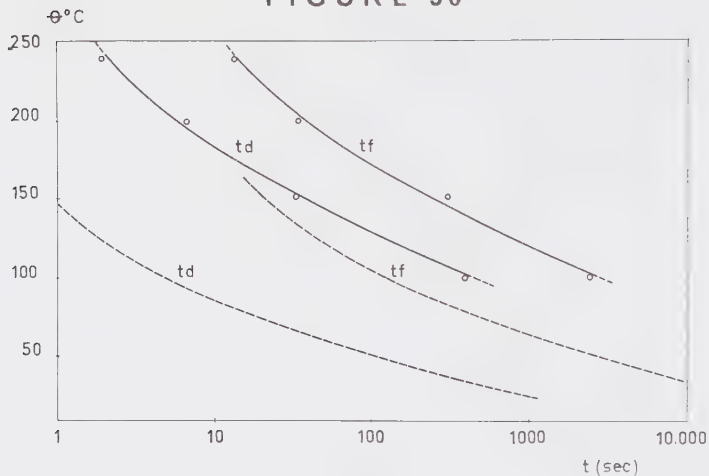
J. Delaplace (28) a montré que le molybdène stabilise la phase $\underline{\beta}$ par trempe depuis le domaine $\beta + \gamma$: il suffit d'une vitesse de refroidissement supérieure à 100°C/seconde. Les conditions requises sont donc moins sévères que pour les alliages uranium-niobium. Cet auteur a suivi la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ à la température ordinaire et a constaté que les raies $\underline{\beta}$ observées sur les clichés de Debye-Scherrer disparaissent totalement 18 jours après trempe.

Dans nos expériences, nous avons maintenu l'alliage à 1,1 % de molybdène pendant 12 heures à 710°C, puis nous l'avons trempé dans l'eau : la mesure de la vitesse de refroidissement à 660°C nous donne la valeur 600°C/seconde. Pour l'étude dilatométrique, nous procédons de la même façon que dans le cas de l'alliage à 1 % de niobium. Nous suivons la décomposition de la phase $\underline{\beta}$ retenue en effectuant des revenus à des températures supérieures à la température ambiante. Nous pouvons atteindre deux domaines de transformation : l'un est compris entre les températures de 100 et 250°C, l'autre entre les températures de 470 et 600°C. On doit noter ici une importante différence entre l'alliage au niobium et l'alliage au molybdène. Dans le premier cas, nous ne sommes pas parvenu à atteindre le "C" supérieur des courbes TTT parce que le niobium a un pouvoir de stabilisation de la phase $\underline{\beta}$ plus faible que le molybdène.

I - Comparaison de la transformation de basse température

Madame Lehmann (4) a déterminé, à partir de 700°C, les courbes TTT de l'alliage uranium-molybdène à 1 % de molybdène, en utilisant la méthode micrographique. Toutefois, elle n'a pas pu en tracer la partie inférieure parce qu'elle n'est pas parvenue à éviter la transformation de type martensitique de la phase $\underline{\beta}$ vers 350°C, à laquelle conduit fatalement la trempe étagée. Nos conditions de trempe (long maintien à 710°C suivi d'une trempe à l'eau) nous permettent de conserver la phase $\underline{\beta}$. Aussi, avons-nous pu suivre sa décomposition par dilatométrie isotherme. Notre étude a dû être limitée

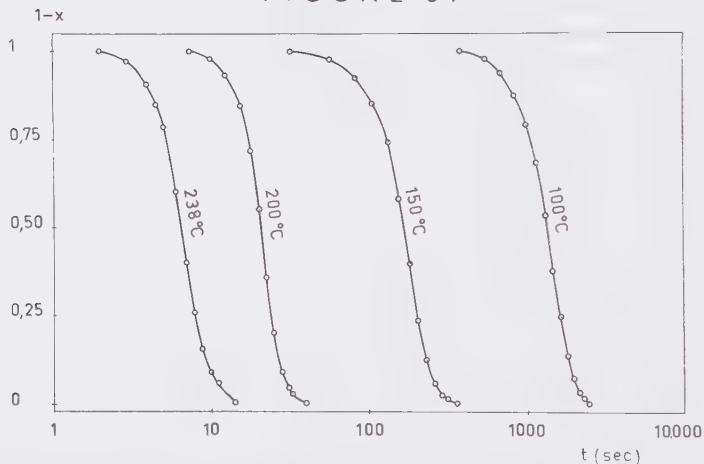
FIGURE 56



Courbes TTT obtenues par trempe suivie de revenu à basse température sur les alliages uranium-molybdène et uranium-niobium

- en traits continus : uranium-molybdène à 1,1 % de molybdène
- en traits discontinus : uranium-niobium à 1 % de niobium.

FIGURE 57



Transformées semi-logarithmiques des courbes dilatométriques obtenues pour la décomposition de la phase β au cours du revenu, à basse température, d'un alliage uranium-molybdène à 1,1 % de molybdène trempé depuis le domaine $\beta + \gamma$

- en abscisses : logarithme du temps
- en ordonnées : $1-x$, x désignant le taux d'avancement de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$.

à la température de 238°C, car au-delà de 250°C, la transformation devient très rapide et se produit pratiquement pendant la mise en température de l'échantillon. Le tableau suivant donne les points t_d de début et t_f de fin de transformation:

Température de revenu en °C	Temps pour le début de la transformation (sec.)	Temps pour la fin de la transforma- tion (sec.)
100	375	2.325
150	32	357
200	7,5	39,5
238	2	14

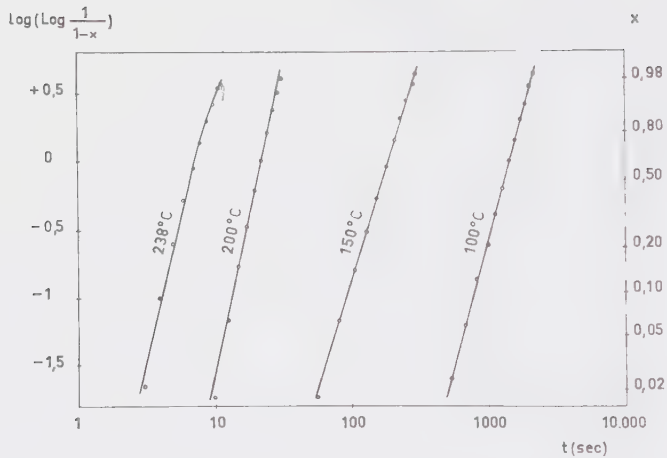
Nous voyons que les courbes correspondant à l'alliage uranium-molybdène se situent à des températures plus élevées que celles de l'alliage uranium-niobium (figure 56). Le molybdène possède une influence beaucoup plus sensible que le niobium pour stabiliser la phase β de l'uranium. Ainsi, à 100°C, les durées de transformation sont respectivement de 1950 et de 140 secondes.

Nous avons effectué l'étude cinétique des transformations de cet alliage en utilisant les mêmes définitions que dans le cas de l'alliage uranium-niobium. Les courbes de la figure 57, qui sont les transformées semi-logarithmiques des courbes expérimentales, présentent la même allure que celles que nous avons obtenues dans le cas du niobium. Cette constatation est importante car elle permet d'attribuer une équation de même forme à la loi de transformation de la phase β des différents alliages.

Nous sommes amené à appliquer la formule

$$1 - x = \exp. - (kt)^n$$

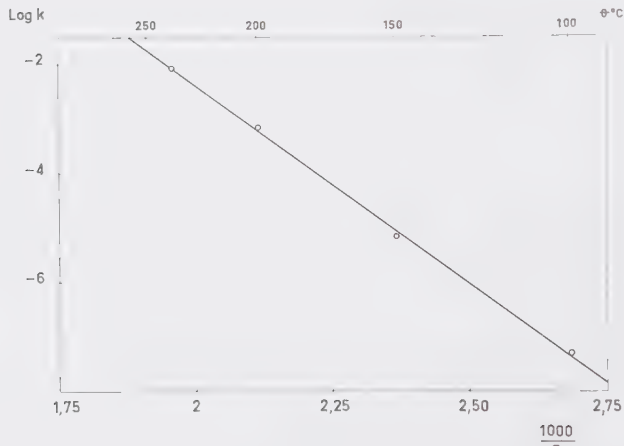
FIGURE 58



Transformées logarithmiques des courbes dilatométriques obtenues pour la décomposition de la phase β au cours du revenu, à basse température, d'un alliage uranium-molybdène à 1,1 % de molybdène trempé depuis le domaine $\beta + \gamma$

- en abscisses : logarithme du temps
- en ordonnées : logarithme décimal du logarithme népérien de $\frac{1}{1-x}$.

FIGURE 59



Rélation entre le coefficient k et la température du revenu pour un alliage uranium-molybdène à 1,1 % de molybdène.

en portant sur un graphique

$$\log(\log \frac{1}{1-x})$$

en fonction du logarithme du temps (figure 58). Nous obtenons des droites (ou une portion de droite pour la réaction à 238°C). La valeur de la pente est comprise entre 3,3 et 4,4. On remarque immédiatement qu'elle est plus forte que celle des droites correspondantes dans le cas de l'alliage uranium-niobium ($\underline{n}$ est très voisin de 2) ; $\underline{n}$ dépend donc de l'élément d'addition. Le coefficient $\underline{k}$ croît assez rapidement avec la température du revenu. Le tableau ci-dessous donne les valeurs de $\underline{n}$ et de $\underline{k}$ aux différentes températures :

Température de revenu en °C	Coefficient $\underline{n}$	Coefficient $\underline{k}$
100	3,6	$6,9 \cdot 10^{-4}$
150	3,3	$5,4 \cdot 10^{-3}$
200	4,4	$4,4 \cdot 10^{-2}$
238	3,9	$1,3 \cdot 10^{-1}$

Remarque

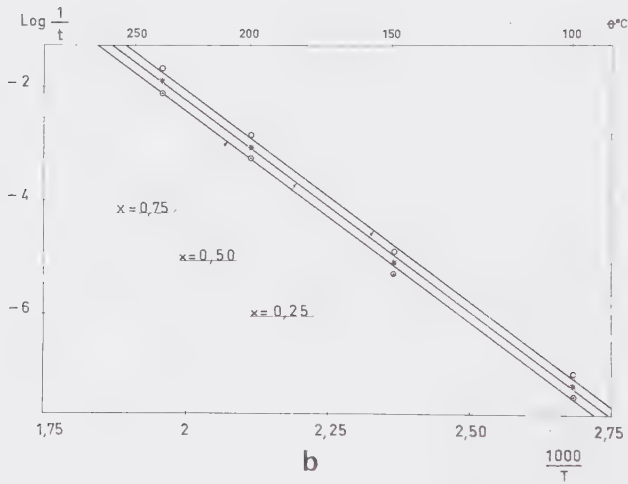
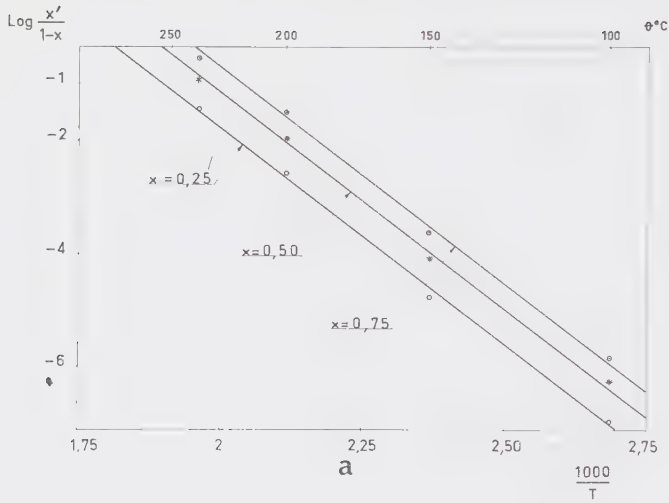
A la température de 100°C, les valeurs de $\underline{k}$ pour le molybdène et le niobium sont respectivement $6,9 \cdot 10^{-4}$ et $1,4 \cdot 10^{-2}$; ce coefficient dépend essentiellement de la durée de la transformation ; il est homogène à l'inverse du temps.

Nous avons représenté aussi les variations de $\log k$ en fonction de $\frac{1}{T}$ (figure 59). Les points s'alignent assez bien. La pente de la droite

$$\log k = - \frac{a}{T} + b$$

est la constante $\underline{a}$ qui vaut 7.400. On tire ensuite $\underline{b} = 12,5$. Ces

FIGURE 60



Représentation de $\text{Log } Y$ en fonction de $\frac{1}{T}$,

T : Température du revenu en $^\circ\text{K}$, pour un alliage uranium-molybdène à 1,1 % de molybdène ;

Y : calculé pour $x = 0,25-0,50-0,75$ est égal à :

$$a : \frac{x'}{1-x}$$

$$b : \frac{1}{t}.$$

coefficients sont sensiblement les mêmes que dans le cas de l'alliage uranium-niobium.

Afin de compléter cette comparaison, nous avons calculé l'énergie d'activation à partir des trois paramètres :

$$k, \frac{x'}{1-x} \text{ et } \frac{1}{t}$$

après avoir choisi les mêmes taux de transformation $x = 0,25, 0,50$ et $0,75$ que dans le cas du niobium. Nous observons sur les figures (60 a) et (60b) des faisceaux de trois droites parallèles qui traduisent les variations de

$$\text{Log } \frac{x'}{1-x} \text{ et } \text{Log } \frac{1}{t}$$

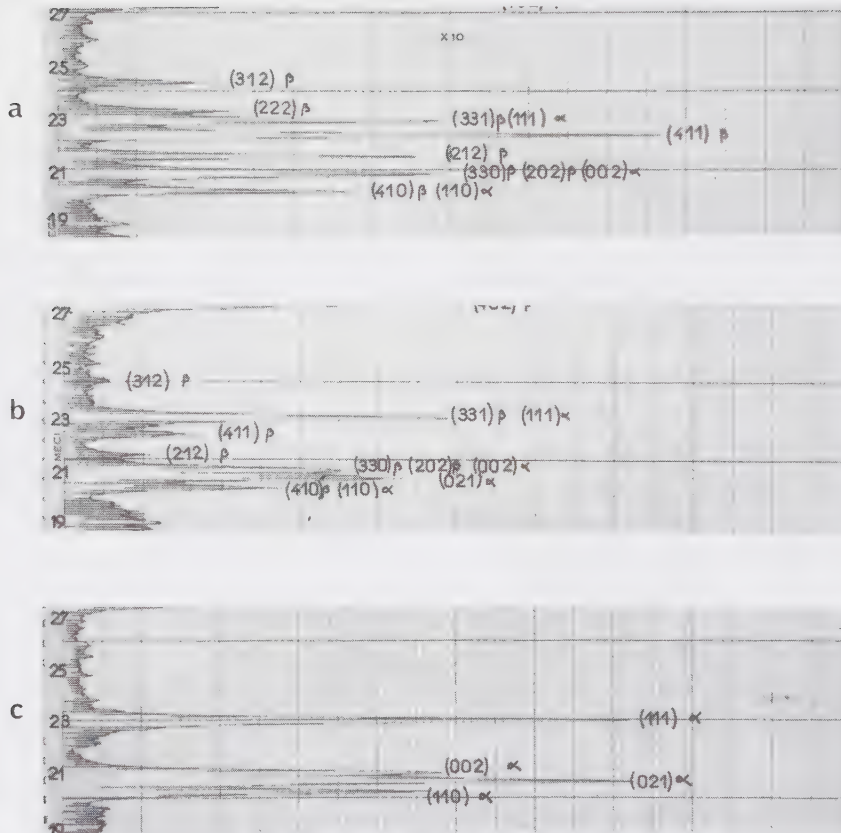
en fonction de $\frac{1}{T}$. Le tableau suivant indique les résultats obtenus par ces trois méthodes :

Paramètre	Q/R	Q (cal./mole)	Valeur moyenne de Q
Log k	7.400	14.800	14.870 cal. mole
$\text{Log } \frac{x'}{1-x}$	7.500	15.000	
$\text{Log } \frac{1}{t}$	7.400	14.800	

Ainsi, quel que soit l'élément d'addition et pour des teneurs atomiques en molybdène et en niobium presque semblables, l'énergie d'activation propre à la transformation $U_\beta \rightarrow U_\alpha$ de basse température est de l'ordre de 14.700 calories/mole.

Nous avons soumis cet alliage uranium-molybdène à l'analyse radiocristallographique pour contrôler nos résultats.

FIGURE 61



Enregistrements au goniomètre de Berthold à compteur de Geiger effectués sur un alliage U-Mo à 1,1 % de Molybdène

- a) - Echantillon trempé dans l'eau et revenu 30 mn à la température ambiante : phase α + phase β .
- b) - Même échantillon revenu 150 secondes à 150°C : phase α + phase β .
- c) - Même échantillon revenu 10 minutes à 150°C : phase α + phase β .

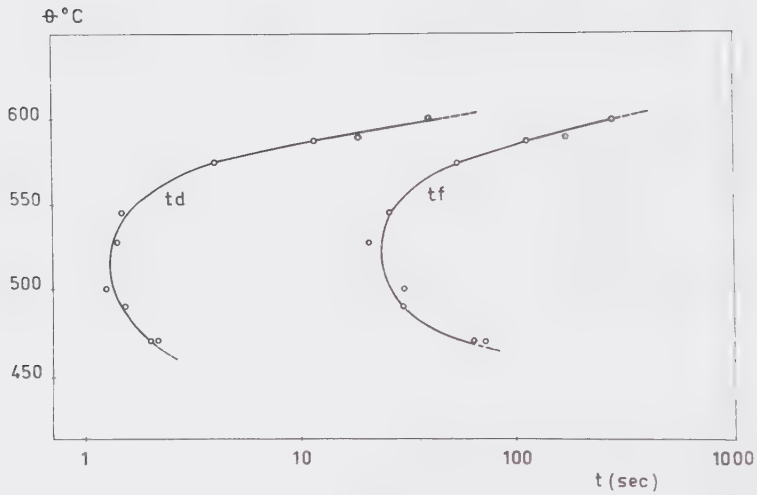
Nous avons suivi au goniomètre de Berthold l'évolution de la transformation (figure 61). Le premier cliché est effectué une demi-heure après trempe : on constate, comme dans le cas du niobium, la présence des raies de la phase $\underline{\alpha}$, mais elles sont moins intenses. Si la proportion de phase $\underline{\alpha}$ provenant de la décomposition de $\underline{\gamma}$ est sensiblement la même dans les deux alliages, celle qui résulte de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est sûrement plus faible par suite du pouvoir stabilisant plus élevé du molybdène. Après un revenu de 150 secondes à 150°C, tel que le point figuratif se situe entre les deux courbes TTT, les raies $(212)_{\beta}$ $(411)_{\beta}$ et $(312)_{\beta}$ sont déjà très atténuées alors que l'intensité des raies $\underline{\alpha}$ a beaucoup augmenté. Le revenu final de 10 minutes à 150°C amène la disparition de toutes les raies $\underline{\beta}$.

II - Etude de la transformation de température élevée

Lors de nos revenus effectués à des températures comprises entre 300 et 450°C, nous avons constaté que la transformation allotropique se produit avant que l'équilibre thermique soit atteint. Ce n'est qu'à partir de 470°C que la contraction caractéristique de la transformation se déroule lentement. La méthode de trempe et revenu permet de tracer le "C" supérieur des courbes TTT que Madame Lehmann (4) a établi en opérant par trempe étagée. Le tableau ci-après et la figure 62 donnent les points t_d de début et t_f de fin de transformation que nous avons obtenus :

Température de revenu en °C	Temps pour le début de la transformation (sec.)	Temps pour la fin de la transformation (sec.)
470	2	67
490	1,5	29,5
500	1,5	31,5
518	1,5	20,5
546	1,5	26,5
575	4	54
587	12	112
600	40	280

FIGURE 62



Courbes TTT obtenues par trempe suivie de revenu à température élevée sur l'alliage uranium-molybdène à 1,1 % de molybdène

- en abscisses : logarithme du temps
- en ordonnées : température .

On distingue très nettement la position du nez qui se situe entre 500 et 550°C. Le point 470°C se trouve au-dessous puisque la durée de la contraction est nettement supérieure à celle que l'on observe au nez.

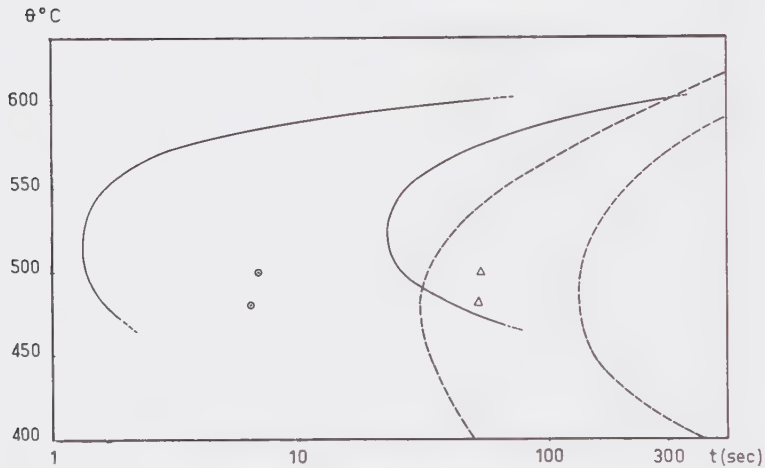
Les courbes obtenues sont un peu différentes de celles de Madame Lehmann. Le tableau suivant et la figure 63 permettent de comparer les périodes d'incubation et les temps d'évolution selon les méthodes utilisées :

Température de revenu en °C	Début de la transformation		Fin de la transformation (sec.)	
	Trempe et revenu	Trempe étagée	Trempe et revenu	Trempe étagée
500	1,5	> 10	31	150
520	1,5	> 10	20,5	150
550	1,5	> 30	26,5	> 200
600	40	300	280	700

Afin de nous affranchir des différences entre le mode opératoire de Madame Lehmann et le nôtre, nous avons effectué deux expériences de trempe étagée sur un échantillon identique à ceux que nous avons employés au cours de nos essais de trempe et revenu, en déterminant le passage de la phase β à la phase α par dilatométrie isotherme. Ainsi, à 500°C, la transformation débute après un temps de maintien de 7 secondes (au lieu de 1,5 secondes par trempe et revenu) et se poursuit pendant près de 55 secondes (au lieu de 31 secondes).

On remarque immédiatement que le temps d'incubation et la durée de la transformation sont plus courts par le procédé de trempe et revenu que par trempe étagée. Pour estimer ce résultat à sa juste valeur, il faut tenir compte de ce que la durée de maintien de l'alliage dans le domaine ($\beta + \gamma$) était beaucoup plus grande

FIGURE 63



Comparaison des courbes TTT obtenues sur les alliages uranium-molybdène.

- en traits continus : par trempe suivie de revenu et méthode dilatométrique (présent travail).
- en traits discontinus : par trempe étagée et méthode micrographique (travaux de Mme Lehmann).

Les points ° qui représentent le début de la transformation et les points Δ qui représentent la fin de la transformation ont été déterminés par nous-même en utilisant la trempe étagée et la méthode dilatométrique. Le décalage entre ces points et les points de nos courbes TTT situés à la même température est dû à la différence de traitements thermiques.

dans le cas de la trempe et revenu que dans celui de la trempe étagée. La phase $\underline{\beta}$ que nous avons étudiée par trempe et revenu, était donc plus stable que celle que nous utilisions dans le cas de la trempe étagée. Le fait que sa période d'incubation est plus faible est dû à la différence des traitements thermiques imposés à l'échantillon.

En particulier, il est évident que la durée de séjour de l'alliage dans l'intervalle critique de transformation est généralement plus faible dans le cas de la trempe étagée que dans celui de la trempe suivie de revenu. La différence est très nette lorsque l'on détermine la branche supérieure du "C". Elle peut devenir très faible lorsqu'on étudie sa branche inférieure. Au cours de ce séjour dans l'intervalle critique, des germes peuvent se former dans l'alliage, ce qui réduit d'autant la période d'incubation. La durée de la transformation proprement dite est également réduite.

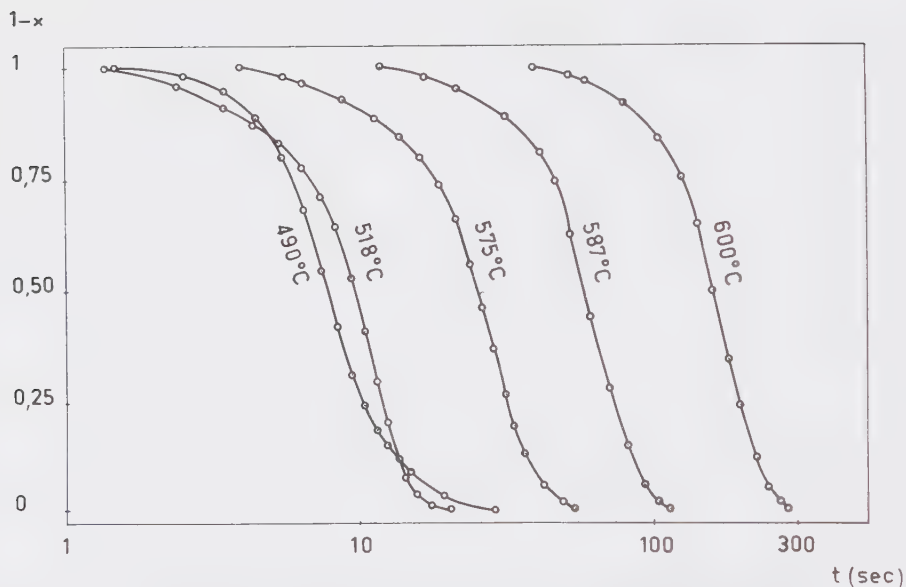
Il faut remarquer, en outre, que les tensions auxquelles est soumis le métal sont beaucoup plus élevées dans le cas de la trempe suivie de revenu parce que les différences de températures qu'il subit sont beaucoup plus grandes.

Nous avons aussi étudié la cinétique de la transformation. Les courbes de la figure 64, reproduites à partir des enregistrements expérimentaux, représentent l'apparition progressive de la phase $\underline{\alpha}$. Nous portons, comme d'habitude,

$$\log(\log \frac{1}{1-x})$$

en fonction du logarithme du temps (figure 65). Nous observons, non plus des droites entières, mais seulement des portions rectilignes pour les valeurs de x supérieures à 0,15. En effet, au-delà de 500°C, et pour le début de la transformation, les points s'écartent des droites dans un sens tel que la contraction réelle

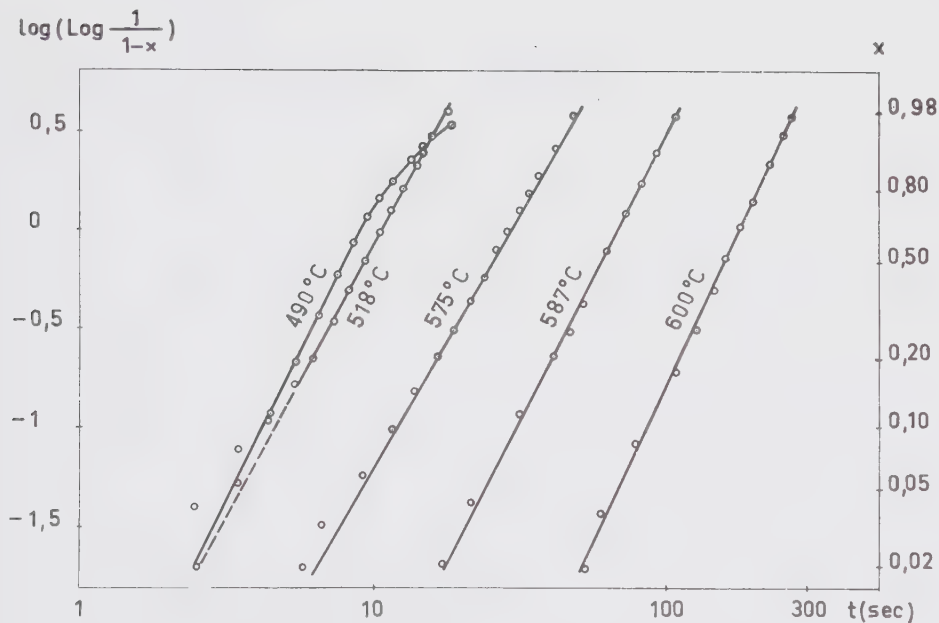
FIGURE 64



Transformées semi-logarithmiques des courbes dilatométriques obtenues pour la décomposition de la phase β au cours du revenu, à température élevée, d'un alliage uranium-molybdène à 1,1 % de molybdène trempé depuis le domaine $\beta + \gamma$

- en abscisses : logarithme du temps
- en ordonnées : $1-x$, x désignant le taux d'avancement de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$.

FIGURE 65



Transformées logarithmiques des courbes dilatométriques obtenues pour la décomposition de la phase β au cours du revenu, à température élevée, d'un alliage uranium-molybdène trempé depuis le domaine $\beta + \gamma$

- en abscisses : logarithme du temps
- en ordonnées : logarithme décimal du logarithme népérien de $\frac{1}{1-x}$.

est plus grande que la contraction calculée.

La loi $1 - x = \exp. - (kt)^n$ n'est plus rigoureuse.

Nous pouvons cependant déterminer les pentes des portions de droite et calculer les valeurs du coefficient k :

Température de revenu en °C	Coefficient n	Coefficient k
490	3,9	1.10^{-1}
518	3,1	$9,5.10^{-2}$
575	2,6	$3,5.10^{-2}$
587	3,1	$1,5.10^{-2}$
600	3,2	$5,6.10^{-3}$

On remarque surtout que k, quasi-constant aux températures correspondant au nez des courbes TTT, décroît ensuite au fur et à mesure que la température augmente. C'est le phénomène inverse de celui qui se produit au niveau des courbes inférieures.

Si nous essayons de porter sur un graphique $\text{Log}k$ en fonction de $\frac{1}{T}$, les points au-delà du nez paraissent s'aligner, mais la pente est inverse de celle que nous avons calculée au paragraphe I ; aussi les valeurs des constantes de l'équation

$$k = \exp. - \frac{a}{T} + b$$

sont elles a = - 52.500 et b = - 65.

Nous ne pouvons plus calculer l'énergie d'activation Q à partir des données cinétiques dont nous disposons, parce que le travail de formation des germes A qui varie beaucoup avec la température, aux températures élevées, est loin d'être négligeable. Il faudrait appliquer la relation complète de la vitesse I' de transformation :

$$I' = K \exp. - \frac{(Q + A)}{RT}$$

et les développements que nous avons donnés plus avant ne sont plus valables.

Enfin, la micrographie de la figure 66 montre l'aspect de l'alliage à 1,1 % de molybdène qui a été trempé dans l'eau et qui a subi un revenu de 10 minutes à 470°C. On observe la structure vermiculaire du mélange de phases $\alpha + (\alpha + \gamma)$.

FIGURE 66



Alliage U-1,1 % Mo

Maintenu à 710°C pendant 12 heures, trempé
eau et revenu 10 mn à 470°C.

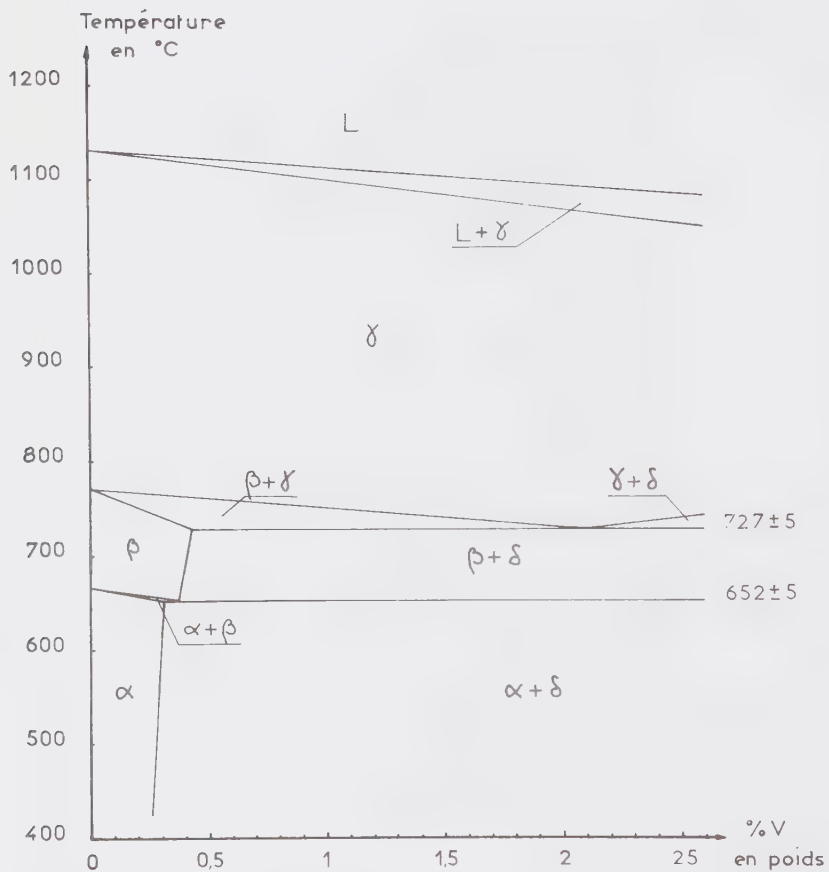
CHAPITRE IV

ALLIAGES D'URANIUM FAIBLEMENT CHARGES EN VANADIUM

L'étude de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ dans les alliages uranium-chrome, a fait l'objet de nombreux travaux (40) (45) (29). Par contre, très peu d'auteurs, à part Jepson (46), se sont intéressés à l'action du vanadium (élément voisin du chrome dans la classification périodique) sur la cinétique de la transformation $U_{\beta} \rightarrow U_{\alpha}$. Cependant, c'est cette cinétique qui détermine la taille des grains de l'uranium en phase α . Or le vanadium, ajouté en faible quantité à l'uranium, a la propriété d'affiner la structure de ce dernier à l'état brut de coulée (22).

Nous avons élaboré des alliages contenant 0,10 - 0,15 - 0,20 et 0,25 % en poids de vanadium. Ils ont été refroidis à une vitesse de 20°C/mn environ : l'alliage à 0,10 % rappelle l'uranium non allié. Les trois autres présentent une structure à grains réguliers de dimension moyenne comprise entre 100 et 200 microns.

FIGURE 67



- Diagramme d'équilibre U-V
d'après Saller et Rough [2] .

Pour des vitesses de refroidissement plus faibles, seuls les alliages à 0,20 et 0,25 % sont affinés.

Nous avons suivi d'une manière plus systématique le refroidissement d'un alliage U-0,2 % V depuis le domaine β et précisé les vitesses qui conduisent à des grains α fins.

Comme pour le système U-Cr, le diagramme U-V (2) est caractérisé par :

- l'absence de composés intermétalliques
- de faibles solubilités du vanadium dans l'uranium :
 - $\left\{ \begin{array}{l} \text{dans l'U}_\gamma : 2,8 \% \text{ en poids à } 1040^\circ\text{C} \\ \text{dans l'U}_\beta : 0,43 \% \text{ à } 727^\circ\text{C} \\ \text{dans l'U}_\alpha : 0,32 \% \text{ à } 652^\circ\text{C} \end{array} \right.$
 - négligeable à température ambiante
- les solutions solides d'U $_\gamma$ et d'U $_\beta$ se décomposent par réaction eutectoïde en phase uranium et solution solide riche en vanadium (figure 67).

On peut donc s'attendre à ce que les phénomènes rencontrés dans les alliages uranium-vanadium ressemblent à ceux étudiés dans les alliages uranium-chrome. Nous avons essayé de différencier, comme dans les U-Cr (45) ou dans les alliages complexes type U-Cr-Si-Zr (47), les trois modes de décomposition de la phase β en phase α et de vérifier que les grains α les plus fins sont obtenus au cours de la transformation bainitique.

I - Conditions expérimentales

1 - Tracé des courbes TTT par dilatométrie de trempe

Nous avons utilisé un dilatomètre de trempe Adamel, type Ditirc. L'éprouvette cylindrique de 4 mm de diamètre et 30 mm

de longueur utile, est placée dans un tube de silice vertical, dont l'extrémité inférieure est fermée et l'extrémité supérieure solidaire d'un ensemble mobile. Cet ensemble permet le transfert automatique du tube de silice d'un premier four vertical, où l'on réalise les maintiens en phase β , à un second four vertical équipé d'un creuset à bain métallique Pb-Sn destiné aux maintiens isothermes. Le temps de transfert est d'environ 3 à 4 secondes. L'enceinte étanche du tube est emplie d'hélium pour améliorer les échanges thermiques. L'éprouvette n'étant pas en contact avec le bain métallique, la durée de mise en température est de 20 à 30 secondes.

2 - Tracé des courbes de transformation en refroidissement continu par analyse thermique différentielle

Les échantillons d'analyse thermique et l'étalon en pyros sont cylindriques (diamètre = 9 mm, longueur = 30 mm) et percés d'un trou central (profondeur 15 mm) pour le passage des thermocouples. La face plane sert aux examens micrographiques. Des couples thermoélectriques chromel-alumel permettent d'enregistrer la température de l'échantillon et la différence de température entre le pyros et l'échantillon sur un appareil à suiveur de spot. Nous avons déterminé les durées et les températures de début et de fin de transformation.

II - Résultats

Les alliages à 0,20 % de vanadium présentent, à l'état brut de coulée, des grains de dimension moyenne égale à 150 microns. Il est possible de réduire encore leur taille par traitement thermique depuis la phase γ ou β :

- soit par trempe étagée dans le domaine α
- soit par refroidissement contrôlé au passage $\beta \rightarrow \alpha$.

Nous avons tracé les courbes TTT de l'alliage et les courbes de début et fin de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ en refroidissement continu.

1 - Courbes TTT

Les courbes TTT ont été tracées par dilatométrie de trempe pour un alliage à 2010.10^{-6} de vanadium et 70.10^{-6} de carbone dans le domaine de températures 640-560°C. Les éprouvettes ont été maintenues à 720°C pendant une heure et trempées aux différentes températures.

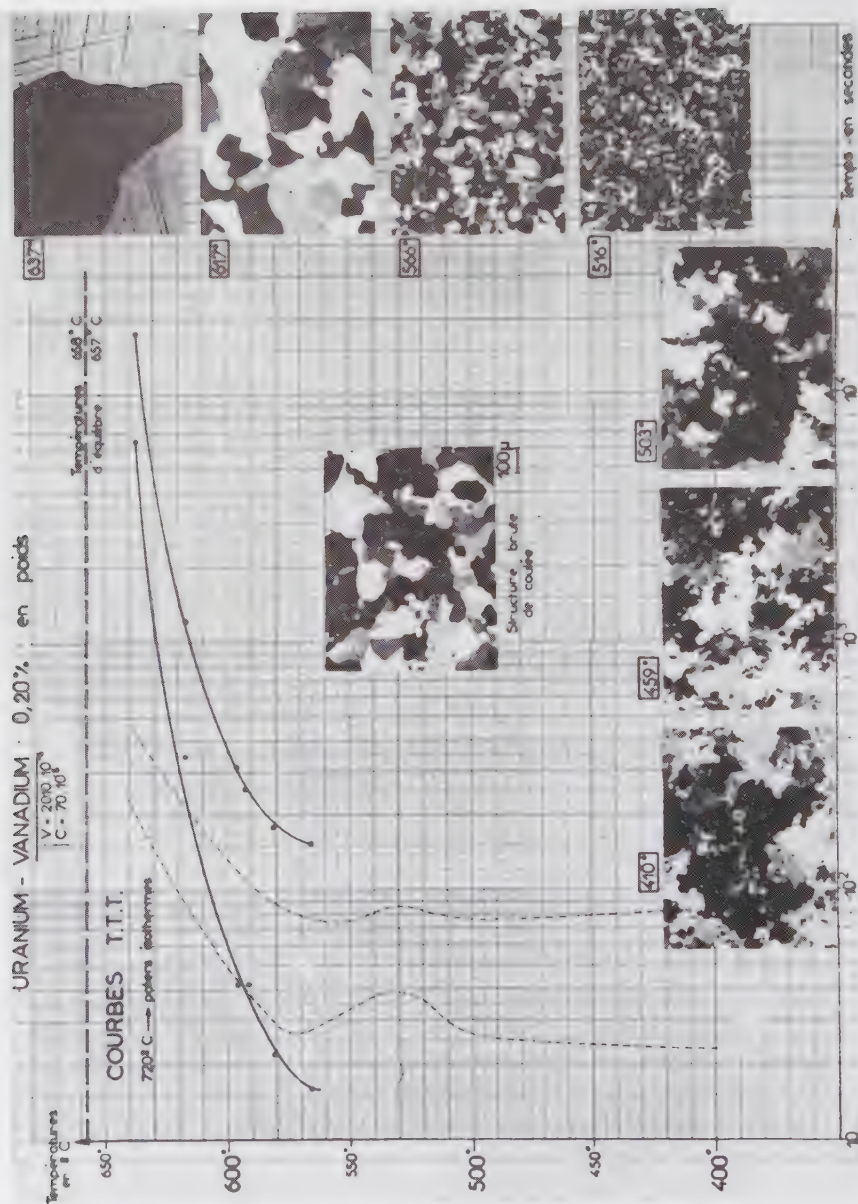
La figure 68 montre les courbes de début et fin de transformation $\beta \rightarrow \alpha$, notamment la branche supérieure du "C" supérieur. L'appareil utilisé ne nous a pas permis d'atteindre le domaine des températures inférieures à 560°C, les périodes d'incubation au voisinage du nez de la courbe devenant trop courtes (inférieures à 20 secondes) ; la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ débute avant la mise en température complète de l'éprouvette.

Nous avons néanmoins examiné l'aspect micrographique de l'alliage au-dessous de 560°C, en effectuant des trempes étagées en bain Pb-Sn ; l'échantillon, en contact direct avec le bain, est maintenu 10 minutes en température et trempé à l'eau.

Nous avons représenté en traits discontinus les courbes TTT tracées par Jepson (46) pour un alliage à 0,40 % de vanadium et à très forte teneur en carbone, 700.10^{-6} . Ce sont, à notre connaissance, les seules publiées sur ce sujet.

A mesure que la température de transformation décroît, la taille du grain a varie de quelques dixièmes de millimètres (à 637°C) à 20 microns (à 538°C). La structure obtenue par trempe étagée à 516°C montre que cette température se situe vraisemblablement dans la zone inférieure du nez des courbes : des grains

FIGURE 68



très fins sont mélangés à des grains plus grossiers à contour déchiqueté. A 503°C, la structure est aciculaire et à grains grossiers. La branche inférieure du "C" supérieur s'écarte sans doute rapidement de l'axe des températures entre 516 et 503°C. Au-dessous de 500°C, l'aspect micrographique apparaît identique à celui que l'on observe à 503°C (cas de la trempe étagée à 459°C).

Les deux méthodes réunies nous ont permis de déterminer le "C" supérieur des courbes TTT de l'alliage à 0,2 % de vanadium. Comme pour les alliages U-Cr (45), l'affinage du grain α se produit le long de la branche supérieure et au nez de la courbe de transformation. La structure α la plus fine est obtenue au niveau de la zone inférieure du nez (vers 530°C) : il s'agit vraisemblablement du "C" intermédiaire, caractéristique de la décomposition bainitique, que le vanadium ne permet pas de dissocier du "C" perlitique dans le diagramme "température-temps".

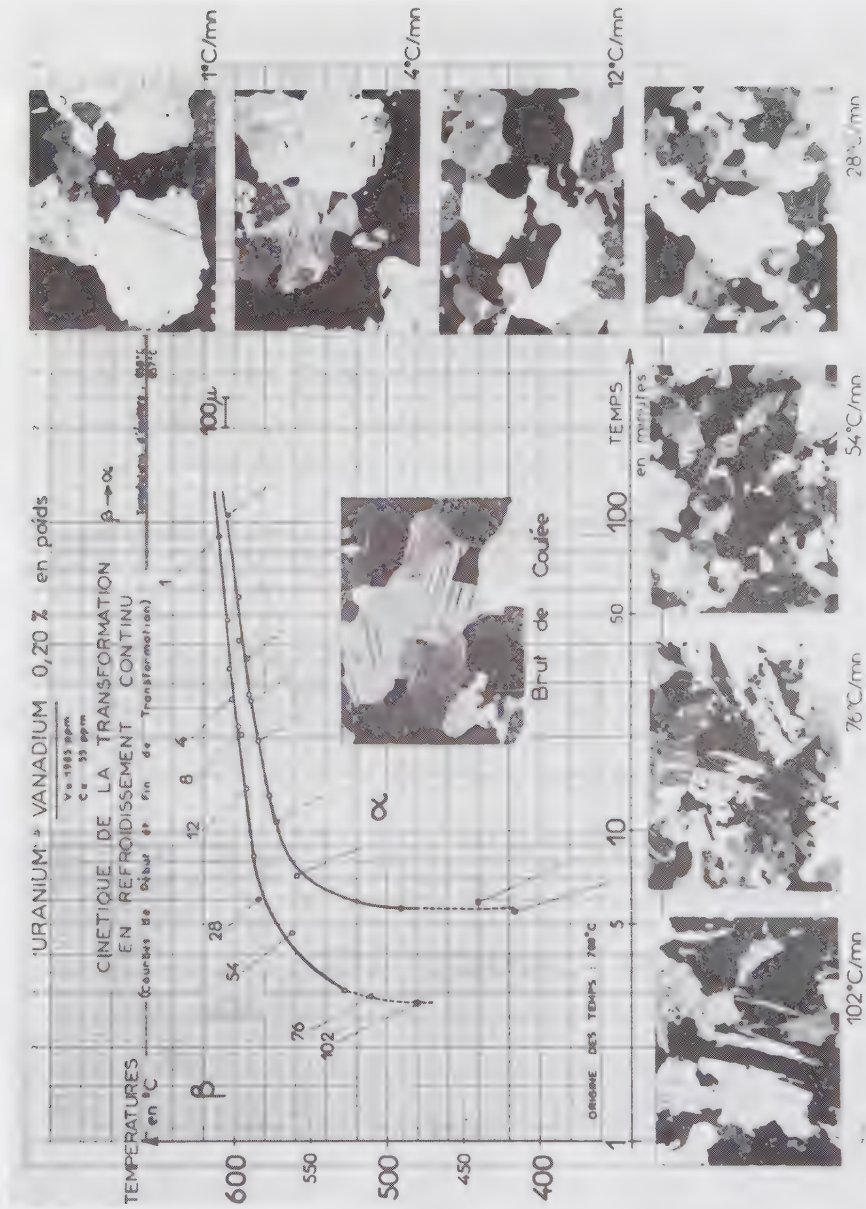
Au-dessous de 400°C, la réaction $\beta \rightarrow \alpha$ a lieu probablement selon un processus martensitique.

2 - Courbes de début et fin de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ en refroidissement continu

Parallèlement nous avons tracé, par analyse thermique différentielle, les courbes de début et fin de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ de l'alliage U-0,2 % V refroidi depuis la phase β et nous avons déterminé la gamme des vitesses de refroidissement permettant d'affiner le grain d'uranium α .

Les éprouvettes d'analyse thermique ont été maintenues à 720°C pendant une heure et refroidies à des vitesses comprises entre 1 et 230°C/mn. (vitesses mesurées à 660°C). La figure 69 représente les courbes de transformation dans le domaine

FIGURE 69



de vitesses 1-100°C/mn pour un alliage à 1985.10^{-6} de vanadium et 55.10^{-6} de carbone. La taille moyenne des grains varie de 300 à 70 microns lorsque la vitesse de refroidissement croît de 1 à 50°C/mn. Aux vitesses supérieures à 70°C/mn, les structures deviennent aciculaires. Pour toute vitesse inférieure à 70°C/mn, nous avons noté une assez grande dispersion de la taille des grains et un fort étalement de leur courbe de répartition ; c'est le cas, par exemple, de l'alliage refroidi à 28°C/mn : la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ s'effectue dans un intervalle de température et on ne retrouve plus les structures à grains réguliers obtenues par trempe suivie de maintien isotherme au-dessus de 530°C.

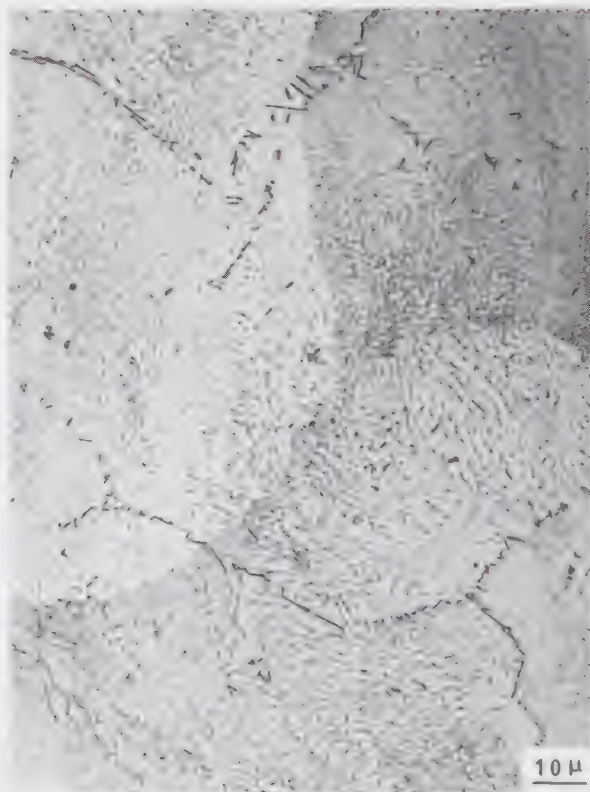
En somme, pour que les alliages d'uranium à 0,2 % de vanadium soient constitués de grains fins, il est nécessaire de les refroidir, depuis les phases de haute température, à des vitesses égales ou supérieures à 4°C/mn au moment de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$, et inférieures à 70°C/mn. De tels traitements sont réalisables dans les fours industriels.

Les alliages U-V, traités dans ces conditions, possèdent de bonnes propriétés mécaniques (22) :

- la charge de rupture est comprise entre 88 et 94 kg/mm²
- l'allongement à la rupture est voisin de 20 % à la température ambiante.

Cette élévation des propriétés mécaniques est due à la présence de précipités de seconde phase riche en vanadium, répartis dans toute la matrice α (figure 70) : ils s'y forment lors du refroidissement depuis la phase β jusqu'à la température ambiante, surtout au passage de la courbe de solubilité $\alpha/\alpha+\delta$ (figure 67). Nous observons également, sur la micrographie, des

FIGURE 70



Alliage U-0,2 % V

maintenu 1 heure à 720°C et refroidi à la vitesse
de 4°C/mn (à 660°C).

particules, de l'ordre du dixième de micron, soulignant une sous-structure $\underline{\beta}$: ce réseau résulte très certainement d'une interaction U-C-V dans la phase $\underline{\beta}$.

Bien que les micrographies optiques ne montrent pas de relation entre les grains $\underline{\alpha}$ et le réseau, nous pensons que ce dernier pourrait servir de germes hétérogènes pour la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ des alliages U-0,2 % V contenant environ $100 \cdot 10^{-6}$ de carbone. Ce phénomène permettrait d'expliquer pourquoi les alliages U-Cr de même teneur, refroidis lentement depuis le domaine $\underline{\beta}$, et dans lesquels le réseau n'est pas aussi apparent, seraient moins bien affinés que les alliages uranium-vanadium.

CONCLUSIONS

1 - Nous avons étudié la transformation structurale des alliages uranium-niobium à 1 et 2 % de niobium, par trempe à partir de la phase γ et nous l'avons rapprochée de celle qui se produit dans les alliages uranium-molybdène de même teneur.

Nous avons mis en évidence une structure martensitique α' dont la vitesse critique de formation est de l'ordre de 5000°C/mn. à 720°C. Cette martensite, qui résulte de la transformation directe $\gamma \rightarrow \alpha$, se présente sous l'aspect d'aiguilles orientées suivant plusieurs directions privilégiées. Sa maille élémentaire dérive de celle de l'uranium α par contraction parallèle à l'axe [010]. Cette contraction est de 0,02 Å dans l'alliage à 1 % de niobium, 0,05 Å dans l'U-2 % Nb et 0,04 Å dans l'alliage uranium-molybdène à 1,5 % de Mo.

Les refroidissements moins rapides ($V_R < 5000^\circ\text{C}/\text{mn.}$) conduisent à une phase provenant également de la décomposition directe $\gamma \rightarrow \alpha$ et d'autant plus sursaturée en niobium ou en molybdène que la vitesse de trempe est plus grande. La structure qui en résulte α_s , est voisine d'une martensite très fine par l'apparence, la dureté et la fragilité : il s'agit en réalité d'une structure de Widmanstätten en plaquettes submicroscopiques. Cette précipitation s'apparente à celle des phases de transition dans les alliages durcissables.

Au fur et à mesure que la vitesse de refroidissement décroît, le contraste entre les phases α et γ s'améliore et on tend

progressivement vers la structure tressée, dont la phase $\underline{\alpha}$ est proche de sa composition d'équilibre.

2 - Les structures de trempe des alliages uranium-niobium et uranium-molybdène sont fragiles. Nous avons suivi leur évolution au cours de recuits isothermes, effectués respectivement en haut des domaines $(\alpha + \gamma_2)$ et $(\alpha + \gamma')$ et nous avons décrit, en prenant comme exemple l'alliage U-1,5 % Mo, les mécanismes de retour à l'équilibre des phases métastables α' et α_s : il y aurait tout d'abord un durcissement structural dans ces phases sursaturées, puis une recristallisation de la matrice sous la forme d'une phase $\underline{\alpha}$ normale non déformée avec rejet de fines particules $\underline{\gamma}$. Celles-ci se redissoudraient ensuite dans la matrice et reprécipiteraient sous la forme d'une perlite, se propageant à partir des sites de germination préférentielle. Les recuits à 550°C diminuent la fragilité des alliages refroidis brutalement, en particulier la fragilité des soudures réalisées par bombardement électronique.

3 - Nous avons montré que lorsqu'on trempe l'alliage d'uranium à 1 % de niobium depuis le domaine $(\beta + \gamma_1)$ dans une solution diluée de chlorure de potassium, on conserve la phase $\underline{\beta}$ à la température ordinaire. La vitesse critique de trempe est de 42.000°C/mn. (700°C/sec.) à 660°C. Cette phase se transforme totalement en phase $\underline{\alpha}$ dès la température ambiante. La durée de cette transformation est de l'ordre de 6 heures.

4 - Nous avons tracé les courbes "transformation-température-temps" (courbes TTT) de l'alliage d'uranium à 1 % de niobium à l'aide d'un dilatomètre de faible inertie, par le procédé de trempe suivie d'un revenu, dans l'intervalle de température 23-155°C.

La cinétique de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ obéit à la loi de Johnson et Mehl :

$$1 - x = \exp. - (kt)^n$$

L'exposant n est indépendant de la température et prend la valeur $n = 2$ pour l'alliage au niobium. Le coefficient k croît lorsque la température de revenu isotherme augmente.

L'énergie d'activation de la réaction a été déterminée dans l'hypothèse où le travail de formation des germes est négligeable, par trois procédés de calcul différents et nous avons trouvé une valeur de l'ordre de 14.600 cal./mole.

Afin de comparer de façon valable les alliages uranium-niobium aux alliages uranium-molybdène, nous avons repris l'étude de ce dernier système, en utilisant la méthode de trempe et revenu que nous avons mise au point à propos des alliages uranium-niobium:

- le niobium est un agent stabilisant de la phase β beaucoup moins efficace que le molybdène. En particulier, la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ des alliages uranium-niobium est si rapide dans le domaine des hautes températures que nous n'avons pas pu déterminer le "C" supérieur des courbes TTT ni même la branche supérieure du "C" inférieur. C'est le procédé de trempe suivie de revenu qui convient le mieux à l'étude de la branche inférieure du "C" inférieur, la seule accessible à l'expérience.
- Dans ce domaine des basses températures, nous avons pu comparer les cinétiques de transformation des deux types d'alliages. L'énergie d'activation est, dans les deux cas, voisine de 14.700 cal./mole. Cette valeur caractérise la transformation martensitique $\beta \rightarrow \alpha$ de l'uranium, au cours de laquelle la

phase $\underline{\alpha}$ progresse dans la matrice $\underline{\beta}$ suivant un mécanisme de migration interfaciale.

- Dans le cas de l'alliage à 1 % de molybdène, nous avons pu comparer le procédé de trempe suivie de revenu à celui de la trempe étagée. La première méthode donne des périodes d'incubation plus courtes que la seconde parce qu'elle entraîne un séjour plus long de l'alliage dans la zone critique de transformation. Il n'est toutefois pas exclu que les tensions internes et les défauts cristallins, produits par la trempe jusqu'à la température ordinaire, accélèrent la réaction $\beta \rightarrow \alpha$.

5 - Le vanadium, introduit en faible quantité dans l'uranium, affine la structure $\underline{\alpha}$ de ce métal. Le tracé des courbes de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ de l'alliage U-0,2 % V, nous a permis de mettre en évidence l'influence du vanadium sur l'affinage du grain $\underline{\alpha}$.

BIBLIOGRAPHIE

- | | |
|--|---|
| (1) A.H. DAANE & A.S. WILSON | Journal of Metals, <u>7</u> (1955) 1219 |
| (2) H.A. SALLER & F.A. ROUGH | Journal of Metals, <u>15</u> (1953) 545-548 |
| (3) A.E. DWIGHT | Journal des Matériaux Nucléaires, <u>2</u> , (1960) n° 1, 81 |
| (4) Mme J. LEHMANN | Thèse, Université de Paris (1959) |
| (5) Mme J. LEHMANN & J. DECOURS | Rapport C.E.A. - R 2568 (1964) |
| (6) Mme J. LEHMANN & N. AZAM | Journal des Matériaux Nucléaires, <u>10</u> , (1963) n° 2, 73 |
| (7) K. TANGRI & C.I. WILLIAMS | Journal des Matériaux Nucléaires, <u>4</u> , (1961) n° 2, 226 |
| (8) Mme J. LEHMANN | Journal des Matériaux Nucléaires, <u>4</u> , (1961) n° 2, 218 |
| (9) R. SIFFERLEN, J. GUILLAUMIN & A. SAULNIER | Journal des Matériaux Nucléaires, <u>23</u> , (1967) n° 3, 270 |
| (10) R. SIFFERLEN, F. GIRAUD-HERAUD, A. SAULNIER, C. COLLOT, H. AU-CHERE & D. FRANCOIS | Mémoires Scientifiques Revue de Métallurgie, <u>LXIV</u> , n°9 (1967) 757 |
| (11) F.A. ROUGH & A.A. BAUER | B.M.I. 1300 - <u>2</u> , 6 (1958) |
| (12) B.A. ROGERS & al. | 2nd Nucl. Eng. Sc. Conf. Philadelphie, mars (1957) n°5 |
| (13) A.E. DWIGHT & M.H. MUELLER | A.N.I. 5581, octobre 1957 |
| (14) P.C.L. PFEIL & al. | A.E.R.E. MR 2498, février 1958 |
| (15) F.H. SPEDDING & al. | I.S.C. 835, 23, 8 (1957) |
| (16) O.S. IVANOV & T.A. BADAJEVA | Genève (1958), n° 2043 |
| (17) W.A. BOSTROM & E.K. HALTEMAN | N.E.S.C. 12, mars 1957 |
| (18) C. COLLOT, Mme M. CAPUT & C. GUILLAUME | Mémoires Scientifiques Revue de Métallurgie, <u>LXV</u> , n° 4 (1968) 331 |
| (19) C. COLLOT & R. FAIVRE | C.R. Ac. Sc. <u>256</u> , (1963), 3856 |

- (20) C. COLLOT Thèse Docteur-Ingénieur, Université de Nancy (1962)
- (21) R. REISSE, C. COLLOT, D. FRANCOIS C.R. Ac. Sc. 263C, (1966), 1348
- (22) R. REISSE, C. COLLOT, C. DE LAMER Mémoires Scientifiques Revue de Métallurgie, LXIV, n°5 (1967) 453
- (23) N. AZAM, M. BOULEAU & P.A. JACQUET C.R. Ac. Sc. 252, 698
- (24) R. BIGOT Thèse, Université Nancy, (1962)
- (25) R. BIGOT & R. FAIVRE C.R. Ac. Sc. 240, (1955) 774
Revue de Métallurgie 53 (1956) n° 2, 131
- (26) R. FAIVRE & R. BIGOT Symposium on Production Properties and Applications of Alloys and Special Steels, Nat. Met. Lab. Jamshedpur, India, (1958) 362
- (27) R. BIGOT Bull. Soc. Chim. Fr. 10, (1959) 1446
- (28) J. DELAPLACE Thèse, Université de Nancy, (1959)
- (29) M. DEGOIS Thèse, Université de Nancy (1962)
- (30) H.A. SALLER & F.A. ROUGH Communication privée, juin 1952
- (31) B.A. ROGERS & al. Trans. Amer. Inst. Min. (Metallurgy) Eng. 212 (1958) 387
- (32) M. ANAGNOSTIDIS, M. COLOMBIE & H. MONTI Journal des Matériaux Nucléaires 11, (1964) n° 1, 67
- (33) G. BRUN Rapport C.E.A. R 2973 - Thèse (1966)
- (34) B.F. HILLS, B.R. BUTCHER & B.W. HOWLETT Journal des Matériaux Nucléaires 11, (1964) n° 2, 149
- (35) G.H. MAY Journal des Matériaux Nucléaires 7, (1962) n° 1, 72
- (36) T. MISHIMA, R.R. HASIGUTI, Y. KIMURA Proc. World Met. Congress 1950, Cleveland, Ohio, Amer. Soc. Metals 1951, 656
- (37) J.B. AUSTIN & RICKETT Met. Tech. 1948, T.P. 764, Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng. 135 (1939) 396
- (38) W.A. JOHNSON & R.R. MEHL Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng. 135 (1939) 416
- (39) M. AVRAMI J. Chem. Phys. 7 (1939) 1103 ; 8 (1940) 212 ; 9 (1941) 177

- (40) D.H. WHITE J. of Metals 7 (1955) n°11, 1221
- (41) S.V. RADCLIFFE & E.C. ROLLASON J. Iron Steel Inst. 191 (1959)
n°1, 56
- (42) M. VOLMER & A.Z. WEBER Phys. Chem. 119, (1926) 277
- (43) R. BECKER & M. DORING Ann. Phys. 24, (1935) 719
- (44) BAR-OR Communication présentée à l'Uni-
versité de Manchester : Symposium
sur les transformations de phases
dans les solides cristallins,
juillet 1968
- (45) H. AUBERT Rapport C.E.A. n° 2186 (1962)
Thèse, Université de Paris (1962)
- (46) M.D. JEPSON, R.B. KEHOE,
R.W. NICHOLS, G.F. SLATTERY A/Conf. 15/P/27
- (47) C. COLLOT, M. FOURE, Mémoires Scientifiques Revue de
J.P. LAUQUE & H. MONTI Métallurgie, LXV, n° 4 (1968) 317

TABLE DES MATIERES

<u>INTRODUCTION</u>		1
<u>CHAPITRE I</u>	: <u>GENERALITES SUR LES METHODES EXPERIMENTALES</u>	
I - Fabrication des alliages		9
II - Usinage des échantillons		10
III - Polissage des échantillons et techniques micrographiques		11
IV - Détermination des phases en présence	..	15
V - Four de trempe directe		17
VI - Dilatomètre à capteur de déplacement	..	19
VII - Analyse thermique simple		23
VIII - Essais mécaniques		25
<u>CHAPITRE II</u>	: <u>ETUDE DES TRANSFORMATIONS DE LA PHASE GAMMA</u>	
I - Influence de la vitesse de refroidissement sur les températures de début des transformations $U_\gamma \rightarrow U_\beta \rightarrow U_\alpha$		28
II - Classification des structures de trempe suivant les vitesses de refroidissement		32
1 - Vitesses inférieures à 100°C/mn	...	32
2 - Vitesses comprises entre 100 et 5000°C/mn (à 720°C)		33
3 - Vitesses supérieures à 5000°C/mn	..	36

III - Propriétés mécaniques des alliages uranium-molybdène à 0,5 et 1,5 % en poids de molybdène, refroidis à différentes vitesses depuis le domaine $\underline{\gamma}$.	39
1 - Conditions expérimentales	41
2 - Résultats	41
A - Alliage contenant 1,5 % de molybdène	41
B - Alliage contenant 0,5 % de molybdène	45
3 - Essais de résilience et de dureté	49
IV - Evolution par recuit des phases métastables dans les alliages uranium-niobium et uranium-molybdène	50
1 - Conditions expérimentales	53
2 - Résultats concernant la phase α' du point de vue structural	55
3 - Résultats concernant la phase α_s du point de vue structural	67
4 - Résultats concernant la structure tressée	75
5 - Propriétés mécaniques des alliages U-1,5 % Mo refroidis rapidement depuis la phase $\underline{\gamma}$ et recuits à la température de 550°C.	75
6 - Discussion générale	82

CHAPITRE III : ETUDE CINETIQUE DES TRANSFORMATIONS A PARTIR
DU DOMAINE $\beta + \underline{\gamma}$.

A - <u>Cas des alliages uranium-niobium</u>	89
I - Conservation de la phase $\underline{\beta}$	89
II - Tracé des courbes TTT par trempe et revenu	90

III - Etude de la cinétique de la transformation	93
IV - Méthodes de calcul de l'énergie d'activation	99
V - Mise en évidence de la transformation par radiocristallographie	105
 B - Cas d'un alliage uranium-molybdène à 1,1 % de molybdène	107
I - Comparaison de la transformation de basse température	109
II - Etude de la transformation de température élevée	117
 <u>CHAPITRE IV : ALLIAGES D'URANIUM FAIBLEMENT CHARGES EN VANADIUM</u>	
I - Conditions expérimentales	129
II - Résultats	130
1 - Courbes TTT	131
2 - Courbes de début et fin de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ en refroidissement continu	133
 <u>CONCLUSIONS</u>	139

BIBLIOGRAPHIE

NOM de l'ETUDIANT : COLLOT Claude
Nature de la thèse : Doctorat ès-Sciences Physiques

Vu, Approuvé
et permis d'imprimer

Nancy, le 18 Mars 1969

Le Doyen,

J. AUBRY

Cet exemplaire est imprimé
à des fins particulières et
ne peut en aucun cas être
vendu.

Achevé d'imprimer le 28 Avril 1969
au Service de Documentation du La-
boratoire de Métallurgie et Chimie
du Solide associé au CNRS sous n°26
Parc de Saurupt NANCY

Dépôt légal n° 4 Faculté des Sciences, Editeur
1er trimestre 1969

